

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2004 年 3 月 11 日 (11.03.2004)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2004/020394 A1

- (51) 国際特許分類: C07C 231/12, 231/02, 233/45, A61K 7/00, 7/48, 7/02
- (74) 代理人: 浅村 皓, 外(ASAMURA, Kiyoshi et al.); 〒100-0004 東京都千代田区大手町2丁目2番1号 新大手町ビル331 Tokyo (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2003/010772
- (22) 国際出願日: 2003 年 8 月 26 日 (26.08.2003)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2002-247608 2002 年 8 月 27 日 (27.08.2002) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 旭化成株式会社 (ASAHI KASEI KABUSHIKI KAISHA) [JP/JP]; 〒530-8205 大阪府大阪市北区堂島浜一丁目2番6号 Osaka (JP).
- (81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 山脇 幸男 (YAMAWAKI, Yukio) [JP/JP]; 〒882-0863 宮崎県延岡市緑ヶ丘4-12-10-101 Miyazaki (JP). 北村 高雄 (KITAMURA, Takao) [JP/JP]; 〒889-0514 宮崎県延岡市柳津町3461-24 Miyazaki (JP). 齋藤 大和 (SAITOU, Yamato) [JP/JP]; 〒882-0866 宮崎県延岡市平原町1-85-1 望南寮203号 Miyazaki (JP).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書
- 2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: NOVEL COMPOSITION CONTAINING ACYL GROUP

(54) 発明の名称: 新規アシル基含有組成物

(57) Abstract: A process for producing an acyl group-containing composition, which comprises a step (reaction step) in which an acidic N-(long-chain acyl)amino acid anhydride is reacted with at least one compound having, per molecule, m functional groups of at least one kind selected from the group consisting of hydroxy, amino, and thiol in water solvent and/or in a mixed solvent comprising water and an organic solvent. By the process, an acyl group-containing composition which is colorless can be obtained under mild conditions.

(57) 要約: 本発明によれば、N-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物と、分子内にヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基からなる群から選ばれる 1 種以上の m 個の官能基を有する 1 種以上の化合物とを、水溶媒中および/または水と有機溶媒との混合溶媒中で反応させる工程 (反応工程) を含む、アシル基含有組成物の製造方法が提供され、温和な条件下で、着色のないアシル基含有組成物を得ることが可能となる。

明 細 書

新規アシル基含有組成物

5 技術分野

本発明は、高純度で着色の少ないN-長鎖アシル酸性アミノ酸誘導体を含むアシル基含有組成物、およびN-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物を用いるその簡易な製造方法に関する。

背景技術

- 10 従来より、洗浄剤、香粧品原料として有用な種々のアニオン性界面活性剤が知られている。界面活性剤に要求される性能としては、洗浄性、泡立ち等の界面活性性能に優れることは勿論のこと、最近では、消費者の要求の多様化や高級品志向に伴い、皮膚や眼粘膜等に対する刺激が少ないことに加え、製品に着色や濁りが
- 15 いる。また、さらには環境への負荷という観点から、生分解性が良いこと、少量で界面活性効果のあることが望まれる傾向がより強くなっている。

- 例えば、従来よりアルキル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキル硫酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩等が使用されている。しかし、これらの多くは使用時において皮膚への刺激性が強いという問題点がある。安全性が高く、かつ生分解
- 20 性に優れるものとしてアミノ酸系界面活性剤があり、例えばN-長鎖アシルアミノ酸塩またはその誘導体がある。しかしこの場合には、低濃度での界面活性等や、製品の着色、低温における濁りといった点においては十分とはいえない。

- 従来技術におけるN-長鎖アシル酸性アミノ酸誘導体を得る方法としては、例えば特開昭50-2973号公報に、N-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物とメン
- 25 トールとをP-トルエンスルホン酸を触媒としてトルオールやベンゾール中、100℃前後で溶解し反応させた後、中和、水洗、乾燥させて、N-アシルアミノ酸メントールエステルを得る方法が開示されている。しかし、この方法では反応温度が高いため、得られたN-長鎖アシル酸性メントールエステルの着色（淡黄色）は免れないとともに、製造方法が中和、水洗、乾燥といった煩雑な操作を伴

うなど工業的实施は困難である。

特開 2000-44554 号公報では、上記特開昭 50-2973 号公報と同様に N-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物と水酸基またはアミノ基を有する化合物を反応させて N-長鎖アシル酸性アミノ酸誘導体からなる界面活性剤を得る方法
5 が開示されている。ここでは、製品の着色を防ぐことを目的に、原料のいずれかの融点以上の温度でいずれかを液状として反応させるか、またはトルエン等の不活性溶媒中でいずれかを液状として反応させる方法が用いられている。しかしこの方法では、製品の着色の防止、さらには反応収率（純度）の点において不十分である。

10 例えば、上記特開 2000-44554 号公報中には、N-ラウロイルグルタミン酸無水物と、ソルビトールのような糖類または L-グルタミン酸のようなアミノ酸類と無溶媒で 100℃以上の高温で反応させる実施例の記載がある。この方法では、やはり副生物の生成は免れず製品は着色してしまうし、また反応収率は低いため高純度の目的物を得ることは困難である。ここでトルエン等の不活性
15 溶媒を用いて反応できるという記載がある。しかし、例えば、N-ラウロイルグルタミン酸無水物と、ソルビトールのような糖類または L-グルタミン酸のようなアミノ酸類とを反応させる場合、こうした原料は溶媒等への溶解性が低いため、やはり 100℃以上の高温に加熱した状態で固液の 2 相系として反応させなければならず、結果的に上記と同じように製品着色、純度の点で十分ではない。

20 本発明者らは、特開 2002-167313 号公報において分子内にヒドロキシル基、アミノ基、チオール基から選ばれる 1 種以上の m 個の官能基を有する化合物から選ばれる 1 種以上の化合物と N-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物とを反応させてなる、N-長鎖アシル酸性アミノ酸誘導体を含むアシル基含有組成物（界面活性剤）とその製造方法を開示している。得られたアシル基含有組成物は、
25 低濃度で界面活性能を示すこと、刺激性が低いこと等を確認しているが、この方法で得られたアシル基含有組成物を中和して水溶液にした時に着色や濁りが著しかったり、安定性が悪かったりする、という問題があった。また、反応収率も十分といえるほど高いものではなく多くの不純物を含有しているため、クロマト分離を実施して製品純度を高める必要があった。

この場合の反応方法も上記特開 2 0 0 0 - 4 4 5 5 4 号公報の場合と同様に、原料のいずれかの融点以上の温度で、または不活性溶媒を使用して反応させる方法である。従って、例えばトルエンのような不活性溶媒中で N-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物とアミノ酸とを反応させる場合、アミノ酸は水以外の溶媒に溶解しにくい
5 ため、反応を進行させるためには反応温度を高温にしなければならない。それ故に、特有の副反応のためにどうしても避けられない副生物が生成し、この副生物が最終製品での着色や濁りの原因になる。

なお、これらの反応の生成物であるアシル化合物もまた、溶媒に対する溶解性が低かったり、融点が高かったりするために、これらの無溶媒や有機溶媒中での
10 反応では、反応途中において、ある場合には反応中間体として析出することになってしまう。そのような事態を防止する必要性からも、反応温度を 1 0 0 °C 付近あるいはそれ以上まで高く設定しなければならなかった。

本発明者らは、後で詳細に説明するように、(i) このような反応（上記特開 2 0 0 2 - 1 6 7 3 1 3 号公報及び特開 2 0 0 0 - 4 4 5 5 4 号公報に開示され
15 ているような原料のいずれかの融点以上の温度で、または不活性溶媒を使用して反応させる方法）で生成する副生物の一つは生成物であるアシル化合物よりも分子量で 1 8 小さい化合物であること、また (i i) この副生物はクロマト分離等の分離操作においても除去するのが困難なものであり、上記特開 2 0 0 2 - 1 6 7 3 1 3 号公報の実施例で行われているクロマト分離においても、この副生物は
20 除去できておらず、得られたアシル化合物の着色の原因となっていることを確認した。

従って、まず第一の従来技術からの要請として、皮膚などへの刺激性が小さく、かつ低濃度でも十分な界面活性を有するアニオン性界面活性剤としての、N-長鎖アシル酸性アミノ酸誘導体を含むアシル基含有組成物であって、かつ副生物
25 が低減されており水溶液にした時に着色や濁りを生じない該組成物、及び該組成物を高収率で得るための簡便な製造方法が望まれていた。

他方、ゲル状組成物には、油性成分を水性溶媒に配合し、その剤型をゲル状に調製した各種のゲル状組成物がある。ここで、ゲルとは例えばコロイド化学の基礎（大日本図書（株）、1 9 7 6 年発行）の 2 4 5 頁に記載されているようなペ

ースト、クリーム、ゼリー等液体含有量の広範囲なものを指す。例えば特開昭5
5-141243号公報で、ゲル化剤としてステアリン酸ナトリウムを用いて油
脂を媒介として調製される油性ゲル状組成物開示されているが、この場合はゲル
強度が十分ではなくひび割れが起きやすいうえに、固さが一定であるため任意の
5 固さのゲル状組成物ができにくいという問題点がある。

また、特開昭55-81655号公報にゲル状の芳香剤が開示されている。ゲ
ル状にするためには、ゲル化剤である水溶性高分子化合物を添加することが一般
的に行われている。しかし、この方法で得られたゲル状組成物は40～50℃程
度の温度下で放置すると油性成分が分離したり、高分子の重合度に変化して粘度
10 が増加または減少したりする傾向にあり、経時安定性に乏しいという問題点があ
る。

また、ゲル状組成物を用いた化粧料としてゲル状クレンジング剤等がある。
例えば、油性成分を水性溶媒中に配合した、その剤型をゲル状に調製したもので、
ゲル化剤として知られる水溶性高分子化合物を添加することが一般的に行われて
15 いる。このように水溶性高分子で形成したゲル状組成物をクレンジング化粧料に
用いた場合には、伸びが悪くなったり、汚れ落ちに問題があったり、水洗いした
後にべたつく物もあるとともに、この場合には上記のように経時的な安定性に乏
しいという問題点がある。

一方、油をゲル化剤でゲル化させたオイルゲルがあるが、これは生成するゲル
20 状組成物の粘度の調整が難しく、またメイク落とし等のクレンジング剤として用
いた場合に水で洗い流すことができず、使用後にティッシュペーパー等で拭き取
り、更に洗顔料等で再洗浄する必要がある。同様に、油中水型に乳化させたゲル
状組成物があるが、この場合も油相を連続相とするためオイルゲルと同様にクレ
ンジング剤として用いた場合、使用後に再洗浄が必要である。いずれも、油性成
25 分が手にべたつき使用感が好ましくない。

また、水中油型の乳化型ゲル状組成物も知られており、これは前記のような拭
き取り操作なしに水で洗い流すことが可能であるが、油性成分が皮膚状に残留す
ることが多く、水による洗浄のみでは不十分である。また、油汚れとのなじみが
悪く、クレンジング性が不十分である。そのため、油性成分や界面活性剤の種類

や量を変化させたものが数多く検討されているが、安定性や使用感などの点で充分満足できるものではない。

- また、特開平10-219278号公報にアシル基2長鎖2極性基含有陰イオン界面活性剤の組成物が開示され、ここで所望によりゲル状、ペースト状にでき
5 るとの記載があるが、実施例は全て洗浄剤の水溶液としての開示のみであり、油性のゲル状組成物に関する記載は何らなされていない。

従って、第二の従来技術からの要請として、上記の欠点を克服した、油性成分を安定に配合しペースト状から固体状まで任意の固さが可能なゲル状組成物が望まれていた。

- 10 また、従来から、クリーム、乳液、ローション等の化粧品には、しっとり感をよくするためや、また塗布した後に十分な保湿効果を与えるために各種油性成分やグリセリン等の保湿剤が比較的多量に配合されている。しかし、しっとり感や保湿性を高めようとすると油っぽさやべたつき感が過剰に残ったり、乳化系が不安定になって経時的に分離を生じ製品劣化となってしまうたり、また、安定性を
15 増すため界面活性剤の配合量を増すと、皮膚への刺激性を増加させることになるなど、しっとり感や保湿効果と塗布後の使用感および製品の安定性と同時に満足することは困難であった。

- 例えば、特開平10-203956号公報で多価アルコールと特定の構造のアミド化合物とを配合した化粧品で保湿効果に優れ、べたつきのない化粧品が開示
20 されている。しかし、乳化状態の安定性については十分満足できるものではない。

また、特開平10-218754号公報ではアシル基2長鎖2極性基含有陰イオン界面活性剤と粉体及び／又は微粒子粉体と水とからなる化粧品が開示されている。しかし、ここでも塗布時の感触や保湿効果に改善効果が見られているのみでしかなく、安定性などの点で充分満足できるものではない。

- 25 従って、第三の従来技術からの要請として、しっとり感や保湿効果に優れ、かつ乳化状態の安定性にも優れた化粧品が望まれていた。

さらに、近年、筆記具用、記録計用、プリンター用、液状化粧品用などの水性組成物の着色剤として染料の代わりに顔料が多く用いられてきている。これは着色剤として顔料系のほうが、耐水性、耐光性に優れるためであるが、顔料は染料

のように水への溶解度がないか、ほとんどないため顔料を水中に安定に分散させることが必要である。このための分散剤として、ノニオン性やアニオン性の各種界面活性剤やセルロース誘導体やノニオン性高分子などの水溶性高分子が単独あるいは混合して用いられてきた。しかしながら、上記のような方法では分散状態が5 悪く、経時的な沈降や凝集に対して不十分であった。

また、油性メイクアップ化粧料等においては、一般にタルク、雲母、二酸化チタン、カオリン等の無機顔料を油性基材中に分散させることが必要であるが、こうした顔料の親水性が強いために油性基材への分散性が悪く、分散不良による製品品質劣化等の問題が起こる。

10 例えば、二酸化チタンは一般に紫外線遮蔽目的として化粧料に含有されるのであるが、これは微分散されることによって遮蔽効果が発揮するため、粒子の分散状態が悪くなって凝集等が起こると遮蔽効果が不十分となる。また、筆記具、記録計、プリンター、液状化粧料用の吐出器具では顔料の沈降が起こると吐出部での目詰まり等の問題の原因となる。

15 特開平10-218754号公報にアシル基2長鎖2極性基含有陰イオン界面活性剤と粉体及び／又は微粒子粉体と水とからなる化粧料が開示されている。しかし、ここでは塗布時の感触や保湿効果に改善効果が見られているのみでしかなく、安定性などの点で充分満足できるものではない。

また、一般に分散剤は、顔料の親水性であるか疎水性により親和性が異なるため、分散の有効性が変化する。このため、親水性顔料、疎水性顔料のいずれに対しても満足できる分散安定性を示す分散剤組成物はない。

従って、従来技術からの第四の要請として、親水性粉体及び／または疎水性粉体に対して高い分散安定性を有する分散剤組成物が望まれていた。

発明の開示

25 上述の背景技術の記載からも明らかなように、本発明の目的の一つは、皮膚などへの刺激性が小さく、かつ低濃度でも十分な界面活性を有するアニオン性界面活性剤としての、N-長鎖アシル酸性アミノ酸誘導体を含むアシル基含有組成物であって、かつ副生物が低減されており水溶液にした時に着色や濁りを生じない該組成物、及び該組成物を高収率で得るための簡便な製造方法を提供すること

である。

本発明の他の目的は、油性成分を安定に配合しペースト状から固体状まで任意の固さが可能なゲル状組成物を提供することである。

- 5 5 また、本発明の他の目的は、しっとり感や保湿効果に優れ、かつ乳化状態の安定性にも優れた化粧料を提供することである。

本発明のさらなる他の目的は、親水性粉体及び／または疎水性粉体に対して高い分散安定性を有する分散剤組成物を提供することである。

- そこで、本発明者らは鋭意検討した結果、従来の方法で得られるアシル基含有組成物中には、目的生成物であるアシル化合物以外にある特有の副反応生成物が
10 存在することを突き止めた。このような副生物は、上記のように（a）N-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物と水酸基、チオール基、アミノ基を有する化合物から選ばれる1種以上の化合物とを縮合反応させる時に、先行技術にあるような無溶媒または非水系溶媒を用いて実施した場合に生成すること、さらに（b）反応温度を上げるほどその傾向が高まること、また（c）この副生物の生成量の多いもの
15 のほど、アシル基含有組成物を水溶液とした場合に着色や濁りの程度が大きいこと等を見出した。さらにこの副生物を質量解析すると、目的物であるアシル化合物より分子量が18小さいものであることが判明した。このことからこの副生物はアシル化合物より（一分子の水が）脱水した物であると推定される。ここでは、この副生物を「脱水アシル化合物」と定義して記述する。

- 20 本発明者らは、アシル基含有組成物からのこの脱水アシル化合物の除去を試みた。たとえばクロマト処理を実施すると、アシル化合物の純度はかなりの純度まで高めることは出来るが、脱水アシル化合物を除去することはできなかった。すなわち、脱水アシル化合物以外の副生物は除去できても、脱水アシル化合物の除去は困難であった。このようにクロマト処理でも分離困難な原因は両者の極性が
25 非常に近いためであると考えられる。

そこで、本発明者らは、脱水アシル化合物の生成そのものを抑制することを検討した。その結果、驚くべきことに、N-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物とヒドロキシル基、アミノ基、チオール基から選ばれる1種以上のm個の官能基を有する化合物とを反応させ本発明のアシル基含有組成物を得る場合において、通常無

水物に対して不活性ではない水系での溶媒（水溶媒および／または水と有機溶媒との混合溶媒）中で反応させた場合、上記のような脱水アシル化合物の生成を著しく抑えられることを見出した。即ち、副生成物除去操作を行う前において反応液自体に着色が全く見られない無色透明状態が達成された。

- 5 しかも驚くべきことに、無水物を用いる反応に関わらずこのような水系媒体での反応方法にした場合、従来の不活性溶媒中で実施する反応に比し、低温の条件で極めて効率よくかつ非常に高い収率で目的物であるアシル基含有組成物を得ることができることを見出した。このように水媒体での反応方法を用いることで、反応後のクロマト処理を実施しなくても非常に高純度で着色のないアシル基含有組成物を得ることが可能である。従来の無溶媒または非水溶媒を用いた反応条件では、反応生成物中のアシル基含有組成物純度は高々60重量%程度であったものが、水媒体反応条件では（その他の因子にもよるが）90重量%以上の純度のものを容易に得ることができる。このように、反応溶媒を水系溶媒とするこのみで、従来技術における問題点を克服し、かつ極めて簡便な方法で製品の純度を飛躍的に向上せしめた点は、工業的实施という点において格段の技術進歩と考えられる。

- 20 さらに全く意外なことには、次のような効果が見出された。本発明の製造方法では、水系溶媒での反応形態とするため、N-アシル酸性アミノ酸無水物が不可避免的に加水分解を起こし、ごく少量のN-長鎖アシル酸性アミノ酸またはその塩が生成物であるアシル基含有組成物中に残存することとなる。アシル基含有組成物中にN-長鎖アシル酸性アミノ酸またはその塩が少量残存することにより、例えば、アシル基含有組成物のクラフト点の低下、アシル基含有組成物水溶液からなる洗浄剤の安定性、泡立ち、泡のクリーミーさ、泡のきめ、すずぎ感触、さっぱり感等の感触、増粘性等が向上することが見出された。

- 25 また、本発明者らは、本発明のアシル基含有組成物の特性についても鋭意検討し、いくつかの利点を見出した。その一つとして、本発明のアシル基含有組成物を用いることで、ゲル化剤を用いることなく油性成分を安定にゲル状に配合し、その経時安定性にも優れるとともに、ペースト状から固体状態まで任意の固さのゲル状組成物を提供できることを突き止めた。また、驚くべきことに、こうして

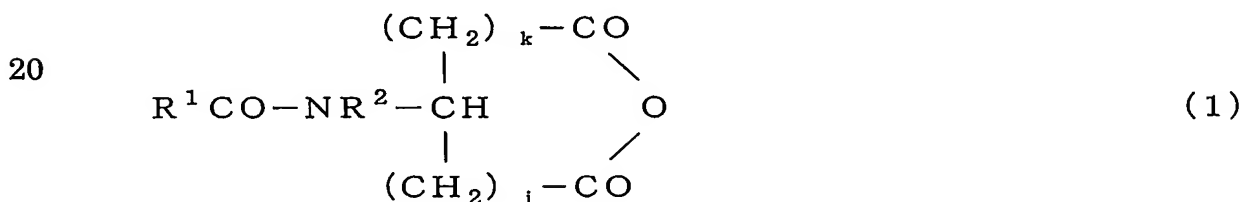
得られたゲル状組成物は水への分散性に極めて優れることから、本発明者らは、このゲル状組成物が、皮膚に塗布した後に水で容易に洗い流せ、使用後に残留がなく感触に優れるクレンジング剤等の基材として有用なゲル状組成物となること、またこのゲル状組成物のうちでもある粘度範囲のものは皮膚等に塗布した場合の
5 伸びに優れることを見出した。さらには、このゲル状組成物は、界面活性剤、ポリヒドロキシル化合物、および水からなる水相と、油性成分からなる油相との屈折率の差を小さくするほど該ゲル状組成物の外観が透明になることを見出した。

また、本発明者らは、本発明のアシル基含有組成物の特性による利点の二つ目として、アシル基含有組成物を特定量だけ配合した化粧料が、しっとり感や保湿
10 効果に優れ、かつ乳化状態の安定性にも優れること、を突き止めた。さらには、本発明のアシル基含有組成物の1種以上、分子内に水酸基を2個以上有するポリヒドロキシル化合物の1種以上、及び油性成分の1種以上よりなる油性ゲル状組成物を用いて非常に安定な乳液が製造可能であることを見出した。

さらに、本発明者らは、本発明のアシル基含有組成物の特性による利点の三つ
15 目として、アシル基含有組成物は親水性および／または疎水性粉体に対して高い分散安定性を有することを見出した。

すなわち、本発明の構成は以下の通りである。

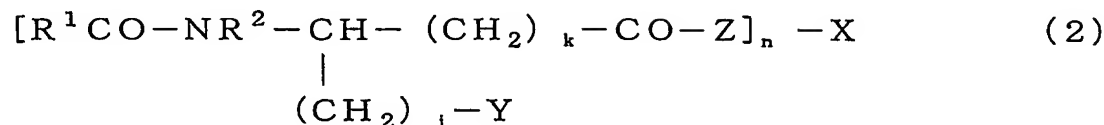
[1] 一般式(1)



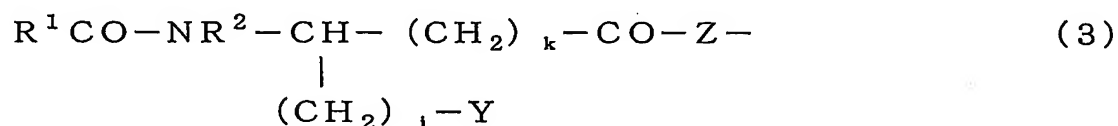
(式中、 R^1CO は炭素原子数2～20の飽和または不飽和の脂肪酸から誘導される長鎖アシル基を示し、 R^2 は水素であるか、又は、任意にヒドロキシル基又はカルボキシル基が置換した炭素原子数1～3の低級アルキル基を示し、 j 、 k は各々独立に0，1，2のいずれかであり、かつ j 、 k は同時に0ではない)で表されるN-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物と、分子内にヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基からなる群から選ばれる1種以上の m 個の官能基を有する
25 1種以上の化合物とを、水溶媒中および／または水と有機溶媒との混合溶媒中で
30

反応させる工程（反応工程）を含む、

一般式（2）



- 5 (式中、 R^1CO 、 R^2 、 j 、 k についての定義は上記と同じであって、 n 個（ n は2～20の整数（2と20を含む））の Z は、 X に置換したヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基からなる群から選ばれる1種以上の m 個（ $m \geq n$ ）の官能基との結合部であって、各々独立に、 $-O-$ 、 $-NR^3-$ （ R^3 は水
- 10 素、または炭素原子数1～10のアルキル基またはアルケニル基またはアリール基またはアルキルアリール基である）及び $-S-$ からなる群から選ばれ、 X は、任意にヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基以外の置換基を有する分子量100万以下の直鎖または分枝鎖または環状鎖であって芳香族炭化水素を含有し又は含有しない炭化水素鎖であるスペーサーであり、 Z を介して X に付く n 個の
- 15 一般式（3）



- (式中の定義は上記と同じ) で表される置換基は各々独立であり、 Y はカルボキシル基またはその塩を示す) で表される少なくとも1種のアシル化合物を含有する、アシル基含有組成物の製造方法。
- 20

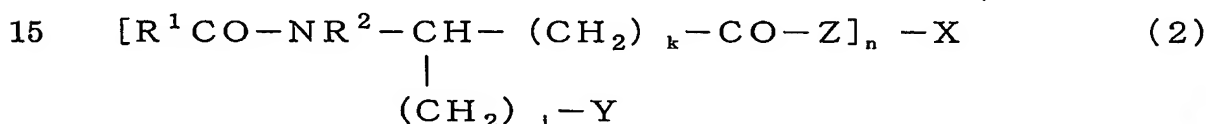
- [2] 一般式（2）において、 X は、任意にヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基以外の置換基を有する、炭素数1～40の直鎖または分枝鎖または環状鎖であって芳香族炭化水素を含有し又は含有しない炭化水素鎖であるスペーサーである、上記[1]項に記載の方法。
- 25

- [3] 前記反応工程において、分子内にヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基からなる群から選ばれる1種以上の m 個の官能基を有する1種以上の化合物に含まれるそれらの官能基の合計の、一般式（1）で表される N -長鎖アシル酸性アミノ酸無水物に対するモル比が0.5～1.4であり、かつ、反応時に反
- 30 応液のpHが4～14に維持される、上記[1]項又は[2]項に記載の方法。

〔４〕 前記反応工程の後に実施される工程として、（ｉ）前記反応工程より得られた反応液を鉱酸でpHを１～６にすることにより有機層と水層とに分層し、アシル基含有組成物を含む有機層を取得する工程（酸沈分層工程）、及び（
 5 i）無機塩等の水溶性不純物を含むアシル基含有組成物と、実質的に水およびターシャリーブタノールを主成分とする媒体との混合状態から、35℃～80℃の温度において、水層とアシル基含有組成物を含む有機層とに分層しアシル基含有組成物中の不純物を除去する工程（水洗工程）、のいずれか又は両方を含む、上記〔１〕～〔３〕項のいずれか１項に記載の方法。

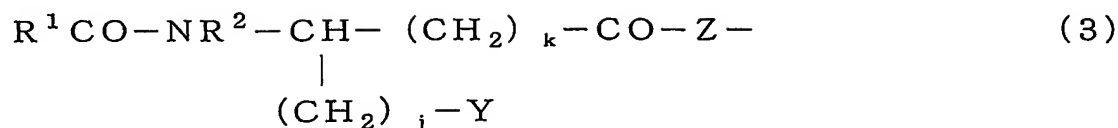
〔５〕 前記反応工程の実施後、又は、さらに前記酸沈分層工程又は水洗工程の
 10 実施後に、アシル基含有組成物を含む有機層から有機溶媒を蒸留除去するに際し、混合液を気液混合相となして蒸発缶内に噴霧し溶媒を蒸発させる噴霧式蒸発器を用いて、有機溶媒を蒸留除去する、上記〔１〕～〔４〕項のいずれか１項に記載の方法。

〔６〕 一般式（２）



（式中、 R^1CO は炭素原子数２～２０の飽和または不飽和の脂肪酸から誘導される長鎖アシル基を示し、 R^2 は水素であるか、又は、任意にヒドロキシル基又はカルボキシル基が置換した炭素原子数１～３の低級アルキル基を示し、
 20 j、kは各々独立に０，１，２のいずれかであり、かつj、kは同時に０ではなく、n個（nは２～２０の整数（２と２０を含む））のZは、Xに置換したヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基からなる群から選ばれる１種以上のm個（ $m \geq n$ ）の官能基との結合部であって、各々独立に、 $-O-$ 、 $-NR^3-$ （ R^3 は水素、または炭素原子数１～１０のアルキル基またはアルケニル基またはアリール基またはアルキルアリール基である）及び $-S-$ からなる群から選ばれ、Xは、任意にヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基以外の置換基を有する分子量
 25 １００万以下の直鎖または分枝鎖または環状鎖であって芳香族炭化水素を含有し又は含有しない炭化水素鎖であるスペーサーであり、Zを介してXに付くn個の

一般式 (3)



- 5 (式中の定義は上記と同じ) で表される置換基は各々独立であり、Yはカルボキシル基またはその塩を示す) で表される少なくとも1種のアシル化合物を含有するアシル基含有組成物であって、該組成物中のアシル化合物含有量が70重量%以上であり、遊離脂肪酸含量が3重量%以下であり、かつ液体クロマトグラフィーを用いた205nmでの検出器による分析において、該アシル化合物より分子
- 10 量が18小さい化合物の含有量がアシル化合物に対し面積比で5%以下である、上記アシル基含有組成物。

[7] N-長鎖アシル酸性アミノ酸またはその塩が0.5~30重量%含有される、上記[6]項に記載の組成物。

- [8] 一般式(2)において、Xは、任意にヒドロキシル基、アミノ基、及び
- 15 チオール基以外の置換基を有する、炭素数1~40の直鎖または分枝鎖または環状鎖であって芳香族炭化水素を含有し又は含有しない炭化水素鎖であるスペーサーである、上記[6]項または[7]項に記載の組成物。

- [9] 一般式(2)において、 R^1CO は炭素原子数8~20の飽和または不飽和の脂肪酸から誘導される長鎖アシル基である、上記[6]~[8]のいずれ
- 20 か1項に記載の組成物。

[10] 一般式(2)において、Xは、各々独立に、カルボキシル基、スルホン酸基、硫酸エステル基、リン酸エステル基、及びそれらの塩からなる群から選ばれる少なくとも1つの基を有する、上記[6]~[9]のいずれか1項に記載の組成物。

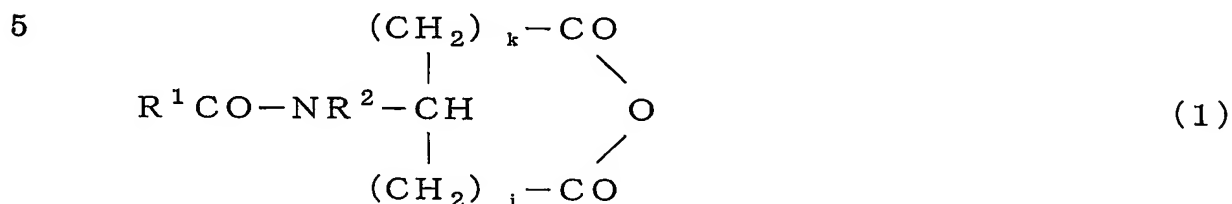
- 25 [11] 前記アシル基含有化合物中の解離基1等量に対して、対イオンとして塩基性物質を0.2~1.5等量含有する、上記[6]~[10]のいずれか1項に記載の組成物。

[12] 前記アシル含有組成物を固形分20重量%、pH10の水溶液に調製した時において、430nmおよび550nmにおける透過率がいずれも90%

以上である、上記〔6〕～〔11〕のいずれか1項に記載の組成物。

〔13〕 さらにその他の界面活性剤を含む、上記〔10〕項又は〔11〕項に記載の組成物。

〔14〕 一般式(1)



- 10 (定義は上記と同じ)で表されるN-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物と、ヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基からなる群から選ばれる1種以上のm個の官能基を有する1種以上の化合物とを、水および/または水と有機溶媒との混合溶媒中で反応させる工程(反応工程)によって得られる、上記一般式(2)で表される少なくとも1種のアシル化合物を含有する、請求項〔6〕～〔13〕のい
- 15 ずれか1項に記載の組成物。

- 〔15〕 前記分子内にヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基からなる群から選ばれる1種以上のm個の官能基を有する1種以上の化合物が、各々独立に、分子内にヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基以外の置換基として、カルボキシル基、スルホン酸基、硫酸エステル基、リン酸エステル基、及びそれらの
- 20 塩からなる群から選ばれる少なくとも1つの基を有する、上記〔14〕項に記載の組成物。

- 〔16〕 前記反応工程の後に、さらに、(i)前記反応工程より得られた反応液を鉱酸でpHを1～6にすることにより有機層と水層とに分層し、アシル基含有組成物を含む有機層を取得する工程(酸沈分層工程)、及び(ii)無機塩等の水溶性不純物を含有するアシル基含有組成物と、実質的に水およびターシャリーブタノールを主成分とする媒体との混合状態から、35℃～80℃の温度において、水層とアシル基含有組成物を含む有機層とに分層しアシル基含有組成物中の不純物を除去する工程(水洗工程)、のいずれか又は両方を実施することによって得られる、上記〔14〕項又は〔15〕項に記載の組成物。

- 30 〔17〕 前記反応工程を実施した後の、又はさらに前記酸沈分層工程又は水洗

工程を実施した後のアシル基含有組成物を含む有機層から有機溶媒を蒸留除去するに際し、混合液を気液混合相となして蒸発缶内に噴霧し溶媒を蒸発させる噴霧式蒸発器を用いて、有機溶媒を蒸留除去することによって得られる、請求項〔14〕～〔16〕のいずれか1項に記載の組成物。

- 5 〔18〕 上記〔6〕～〔17〕項のいずれか1項に記載のアシル基含有組成物の1種以上を含有する、液体状、固体状、ゲル、ペースト状またはミスト状組成物。

〔19〕 上記〔6〕～〔17〕項のいずれか1項に記載のアシル基含有組成物の1種以上を含有し、液体状、固体状、ゲル、ペースト状またはミスト状である

- 10 香粧品組成物。

〔20〕 さらにポリヒドロキシル化合物の1種以上を含有する、上記〔19〕項記載の香粧品組成物。

- 〔21〕 前記香粧品組成物中のポリヒドロキシル化合物含量が0.1～60重量%であり、前記香粧品組成物中のアシル基含有組成物含量のポリヒドロキシル化合物含量に対する重量比が10/1～1/100である、上記〔20〕項に記載の香粧品組成物。
- 15

〔22〕 さらに油性成分の1種以上を含有し、かつゲル状である、上記〔20〕項または〔21〕項に記載の香料品組成物。

- 〔23〕 上記〔6〕～〔17〕項のいずれか1項に記載のアシル基含有組成物の1種以上、ポリヒドロキシル化合物の1種以上、及び油性成分の1種以上を含有するゲル状組成物であって、該ゲル状組成物中の水分含量が50重量%以下であり、かつ該組成物中の組成が、1) アシル基含有組成物の総量が0.1～40重量%、2) ポリヒドロキシル化合物の総量が1～60重量%、3) 油性成分の総量が1～95重量%である、上記ゲル状組成物。
- 20

- 〔24〕 前記ゲル状組成物中のアシル基含有組成物、ポリヒドロキシル化合物、および水を含む水層と、油性成分を含む油層との20℃における屈折率の差が±0.05以下である、上記〔23〕項に記載のゲル状組成物。
- 25

〔25〕 25℃における粘度が1000から200,000mPa・sである、上記〔23〕項または〔24〕項に記載のゲル状組成物。

[26] 上記[23]～[25]項のいずれか1項に記載のゲル状組成物の、
クレンジング剤のための使用。

[27] 上記[23]～[25]項のいずれか1項に記載のゲル状組成物を乳
化してなる香粧品組成物。

- 5 [28] 上記[6]～[17]項のいずれか1項に記載のアシル基含有組成物
の1種以上を含有し、液体状、固体状、ゲル、ペースト状またはミスト状である
分散剤組成物。

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明を、特にその実施態様を中心に、詳細に説明する。

- 10 本発明でいうアシル基含有組成物は、一般式(2)で示されるような分子中に
疎水基であるアシル基と親水基とをそれぞれ複数個ずつ有するアシル化合物を含
む。

- 一般式(2)中、 R^1CO で示されるアシル基は、各々独立して、すなわち、
それぞれ異なっても同一でもよく、炭素原子数2～20の飽和または不飽和の脂
15 肪酸から誘導されるものであれば何でも良く、直鎖、分岐、環状を問わない。

- R^1CO の例としては以下に挙げる酸から誘導されるアシル基が包含される；
酢酸、プロピオン酸、酪酸、ペンタン酸、ヘキサン酸、ヘプタン酸、カプリル酸、
ペラルゴン酸、カプリン酸、ウンデカン酸、ラウリン酸、トリデカン酸、ミリス
チン酸、ペンタデカン酸、パルミチン酸、マルガリン酸、ステアリン酸、ノナデ
20 カン酸、アラキン酸のような直鎖脂肪酸；2-ブチル-5-メチルペンタン酸、
2-イソブチル-5-メチルペンタン酸、ジメチルオクタン酸、ジメチルノナン
酸、2-ブチル-5-メチルヘキサン酸、メチルウンデカン酸、ジメチルデカン
酸、2-エチル-3-メチルノナン酸、2, 2-ジメチル-4-エチルオクタン
酸、メチルドコサン酸、2-プロピル-3-メチルノナン酸、メチルトリデカン
25 酸、ジメチルドデカン酸、2-ブチル-3-メチルノナン酸、メチルテトラデカ
ン酸、エチルトリデカン酸、プロピルドデカン酸、ブチルウンデカン酸、ペンチ
ルデカン酸、ヘキシルノナン酸、2-(3-メチルブチル)-3-メチルノナン
酸、2-(2-メチルブチル)-3-メチルノナン酸、ブチルエチルノナン酸、
メチルペンタデカン酸、エチルテトラデカン酸、プロピルトリデカン酸、ブチ

- ルドデカン酸、ペンチルウンデカン酸、ヘキシルデカン酸、ヘプチルノナン酸、ジメチルテトラデカン酸、ブチルペンチルヘプタン酸、トリメチルトリデカン酸、メチルヘキサデカン酸、エチルペンタデカン酸、プロピルテトラデカン酸、ブチルトリデカン酸、ペンチルドデカン酸、ヘキシルウンデカン酸、ヘプチルデカン
- 5 酸、メチルヘプチルノナン酸、ジペンチルヘプタン酸、メチルヘプタデカン酸、エチルヘキサデカン酸、エチルヘキサデカン酸、プロピルペンタデカン酸、ブチルテトラデカン酸、ペンチルトリデカン酸、ヘキシルドデカン酸、ヘプチルウンデカン酸、オクチルデカン酸、ジメチルヘキサデカン酸、メチルオクチルノナン酸、メチルオクタデカン酸、エチルヘプタデカン酸、ジメチルヘプタデカン酸、
- 10 メチルオクチルデカン酸、メチルノナデカン酸、メチルノナデカン酸、ジメチルオクタデカン酸、ブチルヘプチルノナン酸のような分岐脂肪酸；オクテン酸、ノネン酸、デセン酸、カプロレイン酸、ウンデシレン酸、リンデル酸、トウハク酸、ラウロレイン酸、トリデセン酸、ツズ酸、ミリストレイン酸、ペンタデセン酸、ヘキセデセン酸、パルミトレイン酸、ヘプタデセン酸、オクタデセン酸、オレイ
- 15 ン酸、ノナデセン酸、ゴンドイン酸のような直鎖モノエン酸；メチルヘプテン酸、メチルノネン酸、メチルウンデセン酸、ジメチルデセン酸、メチルドデセン酸、メチルトリデセン酸、ジメチルドデセン酸、ジメチルトリデセン酸、メチルオクタデセン酸、ジメチルヘプタデセン酸、エチルオクタデセン酸のような分岐モノエン酸；リノール酸、リノエライジン酸、エレオステアリン酸、リノレン酸、リ
- 20 ノレンエライジン酸、プソイドエレオステアリン酸、パリナリン酸、アラキドン酸のようなジまたはトリエン酸；オクチン酸、ノニン酸、デシン酸、ウンデシン酸、ドデシン酸、トリデシン酸、テトラデシン酸、ペンタデシン酸、ヘプタデシン酸、オクタデシン酸、ノナデシン酸、ジメチルオクタデシン酸のようなアセチレン酸；メチレンオクタデセン酸、メチレンオクタデカン酸、アレプロール酸、
- 25 アレプレスチン酸、アレプリル酸、アレプリン酸、ヒドノカルブン酸、ショールムーグリニン酸、ゴルリン酸、 α -シクロペンチル酸、 α -シクロヘキシル酸、 α -シクロペンチルエチル酸のような環状酸。

また天然油脂から得られる脂肪酸由来のアシル基でも良く、上記の炭素原子数 2～20 の飽和または不飽和脂肪酸を 80%以上含む混合脂肪酸由来のアシル基

であれば良い。例えば、ヤシ油脂肪酸、パーム油脂肪酸、アマニ油脂肪酸、ヒマワリ油脂肪酸、大豆油脂肪酸、ゴマ油脂肪酸、ヒマシ油脂肪酸、オリーブ油脂肪酸、ツバキ油脂肪酸、菜種油脂肪酸、パーム核油脂肪酸等から誘導されるアシル基等が挙げられる。

- 5 R^1CO の種類により界面活性能が変わることから、目的に応じてその種類を変えることができ、界面活性剤として用いる場合には、 R^1CO 中の炭素原子数が8～20のものが好ましい。

- 一般式(2)中、 R^2 は水素であるか、またはヒドロキシル基またはカルボキシル基、スルホン酸基、硫酸エステル基、リン酸エステル基またはそれらの塩等
10 が置換していてもよい炭素原子数1～3の低級アルキル基を示し、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ヒドロキシメチル基、ヒドロキシエチル基、ヒドロキシ(イソ)プロピル基、ジヒドロキシ(イソ)プロピル基、カルボキシメチル基、カルボキシエチル基、カルボキシプロピル基、スルホエチル基等が挙げられる。

- 15 一般式(2)中、Xに付くn個の置換基(式(3))は独立して、すなわち、それぞれ異なっても同一でもよい。また、式(3)は、いわゆる酸性アミノ酸がN-アシル化されたものを示すものであり、それらは光学異性体例えばD-体、L-体、ラセミ体であるかは問わない。

- 酸性アミノ酸は、分子中に存在するカルボキシル基とアミノ基の数がそれぞれ
20 2個と1個のモノアミノジカルボン酸であり、アミノ基はN-メチル基またはN-エチル基でもかまわない。また光学異性体例えばD-体、L-体、ラセミ体であるかは問わない。酸性アミノ酸としては、例えばグルタミン酸、アスパラギン酸、ランチオニン、 β -メチルランチオニン、シスタチオニン、ジエンコール酸、フェリニン、アミノマロン酸、 β -オキシアスパラギン酸、 α -アミノ- α -メ
25 チルコハク酸、 β -オキシグルタミン酸、 γ -オキシグルタミン酸、 γ -メチルグルタミン酸、 γ -メチレングルタミン酸、 γ -メチルー γ -オキシグルタミン酸、 α -アミノアジピン酸、 α -アミノ- γ -オキシアジピン酸、 α -アミノピメリン酸、 α -アミノ- γ -オキシピメリン酸、 β -アミノピメリン酸、 α -アミノスベリン酸、 α -アミノセバシン酸、パントテン酸等が挙げられる。

Xに付く n 個の置換基（一般式（3））は、L-酸性アミノ酸分子がN-アシル化されたものである場合が、本発明のアシル基含有組成物が生分解性に優れることから好ましい。

一般式（2）中、Xに付く n 個のZは、Xに置換した m 個（ $m \geq n$ ）の官能基（ヒドロキシル基、アミノ基、チオール基）に由来する結合部（ $-O-$ 、 $-NR^3-$ 、 $-S-$ ）であり、それぞれ独立で、すなわち、同一でも異なってもよい。ここで、 R^3 は水素、または炭素原子数1～10のアルキル基またはアルケニル基またはアリール基またはアルキルアリール基である。Xに付く n 個のZは、Xに置換したアミノ基に由来する結合部（ $-NR^3-$ ）とするのが好ましい。

一般式（2）中、Xはヒドロキシル基、アミノ基、チオール基から選ばれる1種以上からなる m 個の官能基を有する分子量100万以下の直鎖または分枝鎖または環状鎖であって芳香族炭化水素を含有し又は含有しない炭化水素鎖であるスパーサーであり、Xは、前記ヒドロキシル基、アミノ基、チオール基以外の置換基を有していてもよい。

一般式（2）中、Xは好ましくはヒドロキシル基、アミノ基、チオール基から選ばれる1種以上の官能基を m 個有する分子量100万以下の m 価の化合物の残基であって、ヒドロキシル基、アミノ基、チオール基以外の置換基を有していてもよい化合物残基である。ここで、上記の m 価の化合物は、 m 個の官能基に由来する結合を作りうる化合物を意味する。それらは光学異性体例えばD-体、L-体、ラセミ体であるかは問わない。

このような m 価の化合物としては、例えば、セリン、トレオニン、システイン、シスチン、シスチンジスルホキシド、シスタチオニン、メチオニン、アルギニン、リジン、チロシン、ヒスチジン、トリプトファン、オキシプロリン等のアミノ酸類；アミノエタノール、アミノプロパノール、アミノブタノール、アミノペンタノール、アミノヘキサノール、アミノプロパンジオール、アミノエチルエタノールアミン、アミノエチルアミノエタノール、アミノクレゾール、アミノナフトール、アミノナフトールスルホン酸、アミノヒドロキシ安息香酸、アミノヒドロキシブタン酸、アミノフェノール、アミノフェネチルアルコール、グルコサミン等

の分子内にアミノ基とヒドロキシル基を有する化合物類；メルカプトエタノール、メルカプトフェノール、メルカプトプロパンジオール、グルコチオース等の分子内にチオール基とヒドロキシル基を有する化合物類；アミノチオフェノール、アミノトリアゾールチオール等の分子内にチオール基とアミノ基を有する化合物類；が挙げられる。また、タンパク質やペプチド等、またはそれらを加水分解したもの等でも良い。

また一般式（２）中、Xは好ましくはヒドロキシル基以外の置換基を有していてもよい分子量１００万以下の m 価（ $m \geq n$ ）のポリヒドロキシル化合物残基である。ここで、 m 価のポリヒドロキシル化合物は、 m 個のエステル結合を作りうる化合物を意味する。それらは光学異性体例えばD-体、L-体、ラセミ体であるかは問わない。

このような m 価のポリヒドロキシル化合物としては、例えばエチレングリコール、1, 2-プロパンジオール、1, 3-プロパンジオール、1, 2-ブタンジオール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、ペンタンジオール、1, 6-ヘキサジオール、シクロヘキサジオール、ジメチロールシクロヘキサン、ネオペンチルグリコール、1, 8-オクタンジオール、2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタンジオール、イソプレングリコール、3-メチル-1, 5-ペンタンジオール、ソルバイト、カテコール、レゾルシン、ヒドロキノン、ビスフェノールA、ビスフェノールF、水添ビスフェノールA、水添ビスフェノールF、ダイマージオール、ジメチロールプロピオン酸、ジメチロールブタン酸、酒石酸、ジヒドロキシ酒石酸、メバロン酸、3, 4-ジヒドロキシけい皮酸、3, 4-ジヒドロキシヒドロけい皮酸、ヒドロキシ安息香酸、ジヒドロキシステアリン酸、ジヒドロキシフェニルアラニン等およびこれらの各異性体等の2価ヒドロキシル化合物；グリセリン、トリオキシイソブタン、1, 2, 3-ブタントリオール、1, 2, 3-ペンタントリオール、2-メチル-1, 2, 3-プロパントリオール、2-メチル-2, 3, 4-ブタントリオール、2-エチル-1, 2, 3-ブタントリオール、2, 3, 4-ペンタントリオール、2, 3, 4-ヘキサントリオール、4-プロピル-3, 4, 5-ヘプタントリオール、2, 4-ジメチル-2, 3, 4-ペンタントリオール、1, 2, 4-ブタントリオール、1,

- 2, 4-ペンタントリオール、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、トリヒドロキシステアリン酸等の3価ポリヒドロキシル化合物；ペンタエリスリトール、エリスリトール、1, 2, 3, 4-ペンタンテトロール、2, 3, 4, 5-ヘキサンテトロール、1, 2, 4, 5-ペンタンテトロール、1, 3, 4, 5-ヘキサンテトロール、ジグリセリン、ソルビタン等の4価ポリヒドロキシル化合物；アドニトール、アラビトール、キシリトール、トリグリセリン等の5価ポリヒドロキシル化合物；ジペンタエリスリトール、ソルビトール、マンニトール、イジトール、イノシトール、ダルシトール、タロース、アロース等の6価ポリヒドロキシル化合物；またはこれらの脱水縮合物等が挙げられる。

- また、糖類、例えばエリスロース、スレオース、エリストール等のテトロース；リボース、アラビノース、キシロース、リクソース、キシルロース、リブロース等のペントース；アロース、アルトロース、グルコース、マンノース、ギャーロース、イドース、ガラクトース、タロース、フラクトース、ソルボース、プシコース、タガトース等のヘキソース等の単糖類；マルトース、イソマルトース、セロビオース、ゲンチオビオース、メリビオース、ラクトース、ツラノース、トレハロース、サッカロース、マンニトリオース、セロトリオース、ゲンチアノース、ラフィノース、メレチトース、セロテトロース、スタキオース等のオリゴ糖類が挙げられる。

- また、その他の糖類、例えばヘプトース、デオキシ糖、アミノ糖、チオ糖、セレノ糖、アルドン糖、ウロン酸、糖酸、ケトアルドン酸、アンヒドロ糖、不飽和糖、糖エステル、糖エーテル、グリコシド等の残基でもよく、デンプン、グリコーゲン、セルロース、キチン、キトサン等の多糖類またはそれらを加水分解したものでもよい。

- また、一般式(2)中、Xは好ましくはアミノ基以外の置換基を有していてもよい分子量100万以下のm価のポリアミノ化合物残基である。ここで、m価のポリアミノ化合物は、m個の酸アミド結合を作りうる化合物を意味する。それらは光学異性体例えばD-体、L-体、ラセミ体であるかは問わない。

このようなm価のポリアミノ化合物としては、例えばN, N'-ジメチルヒド

- ラジン、エチレンジアミン、N, N' -ジメチルエチレンジアミン、ジアミノプロパン、ジアミノブタン、ジアミノペンタン、ジアミノヘキサン、ジアミノヘプタン、ジアミノオクタン、ジアミノノナン、ジアミノデカン、ジアミノドデカン、ジアミノアジピン酸、ジアミノプロパン酸、ジアミノブタン酸およびこれらの各異性体等の脂肪族ジアミン類；ジエチレントリアミン、トリアミノヘキサン、トリアミノドデカン、1, 8 -ジアミノ - 4 -アミノメチル - オクタン、2, 6 -ジアミノカプリン酸 - 2 -アミノエチルエステル、1, 3, 6 -トリアミノヘキサン、1, 6, 11 -トリアミノウンデカン、ジ (アミノエチル) アミンおよびこれらの各異性体等の脂肪族トリアミン類；ジアミノシクロブタン、ジアミノシクロヘキサン、3 -アミノメチル - 3, 5, 5 -トリメチルシクロヘキシルアミン、トリアミノシクロヘキサン等の脂環族ポリアミン類；ジアミノベンゼン、ジアミノトルエン、ジアミノ安息香酸、ジアミノアントラキノン、ジアミノベンゼンスルホン酸、ジアミノ安息香酸、およびこれらの各異性体等の芳香族ポリアミン類；ジアミノキシレン、ジ (アミノメチル) ベンゼン、ジ (アミノメチル) ピリジン、ジ (アミノメチル) ナフタレン、およびこれらの各異性体等の芳香脂肪族ポリアミン類；ジアミノヒドロキシプロパンおよびこれらの各異性体等のヒドロキシル基が置換したポリアミン類等が挙げられる。

- また一般式 (2) 中、X は好ましくはチオール基以外の置換基を有していてもよい分子量 100 万以下の m 価のポリチオール化合物残基である。ここで、m 価のポリチオール化合物は、m 個のチオエステル結合を作りうる化合物を意味する。それらは光学異性体例えば D - 体、L - 体、ラセミ体であるかは問わない。

このような m 価のポリチオール化合物としては、例えば、ジチオエチレングリコール、ジチオエリトリトール、ジチオトレイトール等のジチオール化合物類等が挙げられる。

- X は上に挙げた化合物の残基の中でも、炭素数 1 ~ 40 の場合が好ましい、さらに好ましくは X は炭素数 1 ~ 20 である。

さらには、X が、各々独立に、置換基として少なくとも 1 個以上のカルボキシル基、スルホン酸基、硫酸エステル基、リン酸エステル基またはそれらの塩等を含む場合、本発明のアシル基含有組成物が弱酸性での溶解性に優れる点で好

ましい。また、Xは天然に存在する型である場合の方が、本発明のアシル基含有組成物が生分解性に優れるという点で好ましい。

一般式(2)中、Yで示されるカルボキシル基、およびX中に含まれうるカルボキシル基、スルホン酸基、硫酸エステル基、リン酸エステル基等は、種々の塩基性物質との間に塩を形成し得る。

かかる塩としては、例えばアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩、有機アミン塩、塩基性アミノ酸塩等が挙げられ、具体的には、ナトリウム、カリウム、リチウム等のアルカリ金属、カルシウム、マグネシウム等のアルカリ土類金属、アルミニウム、亜鉛等の金属、アンモニア、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、トリイソプロパノールアミン等の有機アミン、アルギニン、リジン等の塩基性アミノ酸等から任意に選ばれる1種以上との塩である。これらの中でも、ナトリウム塩、カリウム塩、有機アミン塩、塩基性アミノ酸塩が好ましい。

次に、本発明のアシル基含有組成物の製造方法について説明する。本方法は、N-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物と分子内にヒドロキシル基、アミノ基、チオール基から選ばれる1種以上のm個の官能基を有する化合物とを、水および/または水と有機溶媒との混合溶媒中で反応させる工程を含む。

このような反応工程には、次のような効果があることが見出された。第一に、例えば原料がアミノ酸類や糖類のような水以外の溶媒に難溶である化合物であっても、また生成物のアシル化合物も、室温付近あるいはそれ以下の温度での反応条件下において反応溶媒に溶解させることができるため、反応液は反応終了時まで均一状態を保つことができる。したがって、温和な条件での反応が可能なので副反応が抑えられ、結果として高純度のアシル基含有組成物を得ることができる。特に、従来の方で避けられなかった脱水アシル化合物の副生を極めて微少に抑えることが可能である。

第二に、次のような効果も見出された。本発明の製造方法では反応溶媒として水系溶媒を用いるため、反応中にN-アシル酸性アミノ酸無水物が不可避免的に加水分解して生成するN-長鎖アシル酸性アミノ酸またはその塩がアシル基含有組成物中に残存することになる。本発明者らは、この少量残存するN-長鎖アシル

酸性アミノ酸またはその塩が、全く予想もつかない新たな効果をもたらすことを見出した。即ち、本発明のアシル基含有組成物は着色がないだけでなく、N-長鎖アシル酸性アミノ酸またはその塩を含有することで下記の特性が向上する。

- ・アシル基含有組成物のクラフト点が低下し、低温での使用性が向上する。
- 5 ・アシル基含有組成物の、水に対する溶解度が増し、より低い広いpH範囲での使用（特に弱酸性域）での使用が可能となる。
- ・アシル基含有組成物水溶液からなる洗浄剤の安定性が向上する。
- ・アシル基含有組成物水溶液からなる洗浄剤の泡立ち、泡のクリーミーさがアップする。
- 10 ・アシル基含有組成物水溶液からなる洗浄剤の泡のきめが細くなる。
- ・アシル基含有組成物水溶液からなる洗浄剤のすずぎ感触が向上する。
- ・アシル基含有組成物水溶液からなる洗浄剤の洗いあがり後のさっぱり感等の感触が向上する、
- ・増粘剤によるアシル基含有組成物水溶液の増粘性が向上する。
- 15 アシル基含有組成物中に、N-長鎖アシル酸性アミノ酸またはその塩が0.5～30重量%含有されるものが上記の特性の点から好ましい。より好ましくは、1～15重量%である。さらに好ましいのは、1～10重量%である。

- 本発明に用いる一般式（1）で表されるN-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物は、直鎖、分岐、環状を問わない炭素原子数2～20の飽和または不飽和の脂肪酸残
- 20 基によって酸性アミノ酸がアシル化されたものである。このアミノ酸のアミノ基はN-メチル体、N-エチル体であってもかまわないし、また光学異性体すなわちD-体、L-体、ラセミ体であるかは問わない。

- 例えば、N-長鎖アシルグルタミン酸、アスパラギン酸、ランチオニン、β-メチルランチオニン、シスタチオニン、ジエンコール酸、フェリニン、アミノマ
- 25 ロン酸、β-オキシアスパラギン酸、α-アミノ-α-メチルコハク酸、β-オキシグルタミン酸、γ-オキシグルタミン酸、γ-メチルグルタミン酸、γ-メチレングルタミン酸、γ-メチルーγ-オキシグルタミン酸、α-アミノアジピン酸、α-アミノ-γ-オキシアジピン酸、α-アミノピメリン酸、α-アミノ-γ-オキシピメリン酸、β-アミノピメリン酸、α-アミノスベリン酸、α-

アミノセバシン酸、パントテン酸等である。これらの中でも、酸性アミノ酸が一酸性アミノ酸である場合が、得られる本発明のアシル基含有組成物の生分解性が特に優れることから好ましい。

- 5 N-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物は、一般的な合成法により容易に得ることができる。例えば、無水酢酸のような無水カルボン酸とN-長鎖アシル酸性アミノ酸とを反応させ、続いて反応液を晶析・ろ過・乾燥することによって得られたN-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物の粗結晶でもそのまま本発明に適用できる。

- 10 本発明の製造方法における反応工程は例えば、水酸基、チオール基、アミノ基を有する化合物から選ばれる1種以上のm個の官能基を有する化合物とN-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物とを、水溶媒または水と有機溶媒（単数種又は複数種の混合物）との混合溶媒中で混合攪拌することにより実施することができる。ここでは、ヒドロキシ基、アミノ基、チオール基から選ばれる1種以上のm個の官能基を有する化合物が、用いられている反応条件において、反応溶媒に溶解していることが重要である。

- 15 従来の方法でアミノ酸や糖類をN-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物と反応させる場合には、適当な溶媒がないためにこれらの原料を液中に分散させた状態で反応させなければならず、したがって反応温度を上げるなど反応条件を厳しくせざるを得なかった。それに対し、反応媒体を水系とする本発明の方法においては、非常に温和な条件で反応を実施することが可能である。そのような温和な反応条件によって副生物の生成は最小限に抑制される。

水と有機溶媒との混合比は、100/0～1/99（容量比）、好ましくは100/0～20/80（容量比）の範囲で使用できる。この時、混合溶媒の状態は均一相でもよいし、析出等がない限り2相等の不均一相でもよい。

- 25 有機溶媒としては、テトラヒドロフラン、ベンゼン、トルエン、キシレン、四塩化炭素、クロロホルム、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサン、ジオキサン、ターシャリーブタノール等の溶媒を用いることができる。本発明の製造法に用いられる有機溶媒は高純度である必要はなく、水との共沸によって得られるような水含有品でもかまわない。また、反応精製系から回収された有機溶媒も精製することなしに使うことができる。

本発明の製造方法における反応工程では、反応温度は特に限定されないが、一般的に言えることは、反応温度が低いほどN-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物の加水分解物の生成比率は少なくなるので有利である。またあまり低温にすると、反応液が高粘度化または固化したりして混合不能になったり、反応速度が著しく遅くなってしまうので、このような事態にならない範囲で反応温度を設定すべきである。反応中経時的に反応温度を変化させても良い。通常反応温度は-5~100℃の範囲、好ましくは0~60℃の範囲、さらに好ましくは5~40℃の範囲である。

本発明の製造方法における反応工程における仕込み濃度は特に限定されないが、反応中攪拌混合が可能な程度の仕込み濃度にすべきである。好ましくは、固形分濃度として0.1~50重量%である。

本発明の製造方法における反応工程では、反応液のpH範囲を4~14に維持して反応するのがよい。pHを調整するために使用されるアルカリ物質としては、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化カルシウム、水酸化バリウム等の無機塩基等、またはアンモニア、有機アンモニウム等の有機塩基等があげられる。好ましくは、無機塩基の水溶液を用いるのがよい。

pHが4を下回ると、N-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物の加水分解による副生成物が増え、一方、pHが14を越えても実質的に不利な点は発生しないが、必要以上のアルカリ量、およびそれに応じて次工程で消費する酸の量が増えるため資源浪費の観点から反応液のpHは4~14が好ましい。より好ましくは、pHは6~13である。さらには、pH9~12が好ましい。

本発明の製造方法における反応工程の反応形態は、まず攪拌槽で所定量の原料の水酸基、チオール基、アミノ基を有する化合物から選ばれる1種以上の化合物と溶媒とN-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物を全部仕込む。それに続いて、pH範囲を維持するためにアルカリを供給する回分方式を行うことができる。また、水酸基、チオール基、アミノ基を有する化合物から選ばれる1種以上のm個の官能基を有する化合物と溶媒を仕込んだ後、N-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物を連続的に供給しながら、pH範囲を維持するために同時にアルカリを供給する半回分方式でも良い。また、反応溶媒を仕込んだ後、水酸基、チオール基、アミノ

基を有する化合物から選ばれる 1 種以上の化合物と N-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物とを同時に連続供給する方式でも良い。所定量を反応させた後攪拌槽内の反応液を次工程の酸沈分層工程に付することができる。攪拌槽内に N-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物を供給する際、粉体または固体として投入しても良いし、

5 あるいはこれを溶解する不活性有機溶媒に溶解して供給するようにしても良いし、不活性有機溶媒等にスラリーとして分散させた状態で供給してもよい。

本発明の製造方法における反応工程で用いる水酸基、チオール基、アミノ基を有する化合物から選ばれる 1 種以上の m 個の官能基を有する化合物としては、分子量 100 万以下の直鎖または分枝鎖または環状鎖である芳香族炭化水素を含有し、または含有しない炭化水素鎖を有する化合物であり、ヒドロキシ基、アミノ基、チオール基以外の置換基を有していてもよい。このような化合物として、例えば、上記 X のような化合物残基を有する化合物として例示されるような化合物を用いることができる。水酸基、チオール基、アミノ基を有する化合物から選

10 ばれる 1 種以上の m 個の官能基を有する化合物は好ましくは、炭素数 1 ~ 40 の化合物である。また、各々独立に、分子内にヒドロキシ基、アミノ基、チオール基以外の置換基として、少なくとも 1 個のカルボキシ基、スルホン酸基、硫酸エステル基、リン酸エステル基またはそれらの塩を有する場合、本発明のアシル基含有組成物が弱酸性での溶解性に優れる点で好ましい。

15

本発明の製造方法における反応工程において、分子内にヒドロキシ基、アミノ基、及びチオール基からなる群から選ばれる 1 種以上の m 個の官能基を有する 1 種以上の化合物に含まれるそれらの官能基の合計の、N-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物に対するモル比は、通常 0.1 ~ 5 倍が好ましい。目的にもよるが、できるだけ反応後に分離精製処理等を行うことなく高純度のアシル基含有組成物を得る場合には、0.5 倍 ~ 2 倍の範囲で反応を実施するのが好ましい。モル比

20

25 が 0.5 倍より少ないと、無水物が加水分解して N-長鎖アシル酸性アミノ酸が生成する比率が増える傾向がある。一方、2 倍より多いと水酸基、チオール基、アミノ基を有する化合物が未反応として残存する量が増える傾向があり、目的に応じてこれらの不純物の分離精製処理が必要となる。さらに好ましくは、モル比が 0.6 ~ 1.4 倍の範囲であり、より好ましくは、モル比 0.75 ~ 1.15

倍である。

本発明の製造方法において酸沈分層工程を採用する場合は、上記反応工程で得られる反応液に塩酸、硫酸のような鉱酸を加えてpHを1～6の範囲にすることにより有機層と水層の二層に分離してアシル基含有組成物を含有する有機層を取
5 得する。反応液は、生成したアシル基含有組成物の一部または全部がアルカリ塩の形で存在している。これに鉱酸を加えることでアシル基含有組成物中のカルボキシル基の一部もしくは全部をフリーの酸にすることで有機層と水層とに分層するものである。この工程において、水溶性不純物である無機塩類、未反応の水酸基、チオール基、アミノ基を有する化合物は水層へ移行しアシル基含有組成物中
10 より除去される。

酸沈分層工程においては、有機溶媒が存在していてもなくてもかまわないが、存在する方が分層が容易に起こりやすいので、有機溶媒存在下で実施する方がよい。例えば、反応工程で水溶媒のみで反応を実施した場合、酸沈分層工程において有機溶媒を添加する。酸沈分層時における有機溶媒の含量は、任意に決められ
15 るが混合液中0.01～99重量%が好ましい。

酸沈分層時に用いる有機溶媒は、前記反応工程で有機溶媒を用いた場合それをそのまま用いることができるが、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、イソブタノール等も用いることも可能である。また、これらの溶媒の2種以上を併用することも可能である。以下ではこの中でも好ま
20 しい親水性有機溶媒としてターシャリーブタノール単独を用いた系で詳述する。

酸沈分層時のpHによって、カルボキシル基の解離状態が変わり、それに伴って分層状態、即ち有機層と水層との重量比や無機塩類の除去性がやや変わるため、上記pH範囲の中でもpH1～3で実施することがより好ましく、さらに好ましくはpH1～2.5で実施する。

25 酸沈分層温度は35℃～親水性有機溶媒の沸点、例えば親水性有機溶媒がターシャリーブタノールであれば80℃が好ましい。より好ましくは40～70℃である。35℃より低い温度では分層平衡に達するまでの時間が長くなったり、平衡に達しても有機層中にかなりの量の無機塩が残存したり、アシル基含有組成物の種類やその液中濃度によっては分層しない場合があるからである。一方、水／

ターシャリーブタノールの共沸組成の常圧における沸点が80℃近傍にあるので、80℃を越すと沸騰が起こりやすく不利である。

- 本発明の製造方法において水洗工程を採用する場合は、主に酸沈分層工程で除去しきれなかった不純物の除去を目的とするものであるが、水洗工程を単独で実施してもよい。具体的には、アシル基含有組成物、ターシャリーブタノールおよび水を有機層と水層とに分層するような組成にて混合し、液液抽出によりアシル基含有組成物を含む有機層中の水溶性不純物、主に無機塩類や未反応の水酸基、チオール基、アミノ基を有する化合物を水層中に移行させることを行う。ここでも、上記の酸沈分層工程と同様に、親水性有機溶媒としてターシャリーブタノール単独を用いた系で詳述する。

- 本発明者等は、本発明のアシル基含有組成物／ターシャリーブタノール／水の組成が所定範囲内になるように調整しさえすればアシル基含有組成物を含有する有機層と水層とに分層すること、これによって有機層中の無機塩類や未反応の水酸基、チオール基、アミノ基を有する化合物を除去できることを見出した。具体的には、酸沈分層で得られた有機相に対して、水および／またはターシャリーブタノールを前記の分層が起こる組成になるように添加することにより、または、無機塩等の不純物を多く含むアシル基含有組成物にターシャリーブタノールおよび／または水を添加することにより系が分層し、有機層中の無機塩類等を除去できる。

- 20 酸沈分層工程及び水洗工程において、分層平衡に達する時間は分層領域においてターシャリーブタノール濃度が多いほど短くなるので分層が実施可能な範囲でターシャリーブタノール濃度を多くするのは好ましい。水洗工程を採用する場合、上記酸沈分層工程で説明したのと同じ理由で、水洗温度は35～80℃、好ましくは40～70℃である。

- 25 このようにして分層した後の無機塩等の水溶性不純物の低減された有機層からアシル基含有組成物を取り出すには、有機溶媒を蒸留分離によって除去するか、または有機層を酸性化・冷却して晶析させた後ろ過分離する等によって除去すれば良い。

有機溶媒を蒸留分離によって除去する方式としては、常法に従って攪拌槽を用

いて実施しても良いし、流下薄膜式、遠心薄膜式、攪拌薄膜式等の薄膜式蒸発器、または噴霧式蒸発器等を用いて実施しても良い。また、有機溶媒を蒸留分離によって除去する場合には、アシル基含有組成物中のカルボキシル基の一部を中和して溶媒留去を実施しても、または中和せずに実施しても良い。アシル基含有組成物中のカルボキシル基の一部を中和して蒸留分離を実施する方法は、有機溶媒を除去することでそのままアシル基含有組成物の中和水溶液を得ることができるという点において好ましい。

また、アシル基含有組成物を含む液体は発泡性を有するため、工業的規模において発泡を抑えて効率的に蒸留を実施することは容易ではない。その点、噴霧式蒸発器を用いた蒸留であれば工業的規模においても効率的に蒸留実施が可能であり、この点において噴霧蒸発器を用いる方法が好ましい。

この方法は、例えば特公平 7-51201 号公報に見られるが如き装置を用い、蒸発缶の下部より液を抜き出し、これをポンプにて熱交換器に循環、送液し所定の過熱状態とした後、蒸発缶上部に設けた配管より蒸発缶内に噴霧、溶媒を蒸発させる方法であって以下のような特徴を有する：（１）蒸発缶の気相部には液面を向けて設置されている 1 個または複数個のほぼ円筒状の管端が有り、これが缶上部に設けた配管に接続している；（２）熱交換器における液の流量と熱交換器出口部における過熱度とを制御することにより、熱交換器を出た過熱液体を管端までの間に蒸発させて気液混相流となす；（３）管端から噴霧された液滴中の残過熱熱量を、液滴が蒸発缶内部の液相に着水するまでの間に気相部において放出する。

このような方法により、非常に着色度の低いアシル基含有組成物を高純度で取得することができる。

これらの方法で得られるアシル基含有組成物より、適宜当業界で周知の精製手段により一般式（２）で示されるアシル化合物を単離することができる。

本発明のアシル基含有組成物は、組成物中におけるアシル化合物純度が 70 重量%以上のものである。この純度が少ないと、界面活性剤としての効率が低下したり、またその他、本発明のアシル基含有組成物の所望の物性的特徴を損なうことがある。さらに好ましくは、アシル化合物純度は 85 重量%以上である。

本発明のアシル基含有組成物は、アシル化合物からの脱水アシル化合物生成物含量が極めて微量であり、その含量は高速液体クロマトグラフィーを用いた 205 nmでの検出器による分析において、該アシル化合物に対して面積比で好ましくは5%以下である。この脱水アシル化合物はアシル化合物との分離が極めて困難であり、一旦この脱水アシル化合物が生成すると、精製によりそれを完全に除去するのは非常に困難である。この脱水アシル化合物の含量が少ないほど、アシル基含有組成物を水溶液とした時に、水溶液の濁りや着色が少ないことから、その含量はより好ましくは3%以下である。さらに好ましくは1%以下とする（上記分析方法に基づく）。

- 10 本発明のアシル基含有組成物は塩基性物質で中和することができ、塩基性物質による中和率を調整することにより広範囲のpH域で 사용할 ことができる。好ましくは、該組成物中の解離基（カルボキシル基）1等量のうち、0.2～2等量が中和される状態（中和度0.2～2）で使うことが良い。

- 15 本発明のアシル基含有組成物は、該組成物を例えば水酸化ナトリウムを用いて中和し、20重量%、pH10の水溶液として調製した時に、430nmおよび550nmにおける透過率がいずれも90%以上であることが好ましい。水溶液に濁りや着色を発生すると商品価値が低下するために、いずれかの透過率が90%以上であることが好ましい。より好ましくは95%以上である。

- 20 本発明のアシル基含有組成物は、そのままでも用途に応じて界面活性剤等として用いることができるが、水溶液の状態としても用いることができる。組成物の性状によっては常温で固体としての取り扱いが困難な場合もあり、この場合には水溶液として取り扱うことが好ましい。例えば、該アシル基含有組成物を含む水溶液はpH3～12で利用できる。好ましくは、該水溶液のpHを4.5～11に調整する。このように調製された水溶液は、皮膚などへの刺激性が小さく、かつ低濃度でも非常に優れた界面活性を有する水溶液である。より好ましく水溶液のpHは5～8が好ましい。

本発明のアシル基含有組成物の水溶液における、アシル基含有組成物の含有量は特に限定されず、その用途に応じて0.01～99wt%、好ましくは0.01～50wt%の界面活性を有する濃度範囲内で使用することができる。

また、このアシル基含有組成物を含有する水溶液中に、さらにその他の界面活性剤、例えば、アニオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、両性界面活性剤等の界面活性剤を適宜含有しても良い。中でも該水溶液中にアニオン性界面活性剤としてN-長鎖アシルアミノ酸またはその塩を、該水溶液中に（A）アシル基含有組成物と、（B）N-長鎖アシルアミノ酸またはその塩とを、（A）／（B）の質量比で1／100～100／1の組成で含有するものが好ましい。

ここで言うN-長鎖アシルアミノ酸とは、アミノ酸のアミノ基に、炭素数8～20の飽和または不飽和の脂肪酸から誘導されるアシル基を導入したものである。

10 N-長鎖アシルアミノ酸中のアミノ酸残基は α -アミノ酸、 β -アミノ酸、 γ -アミノ酸や ω -アミノ酸等各種アミノ酸であり、アミノ基はN-メチル体、N-エチル体であってもかまわない。また光学異性体すなわちD-体、L-体、ラセミ体であるかは問わない。

例えばグルタミン酸、アスパラギン酸、グリシン、アラニン、ランチオニン、 β -メチルランチオニン、シスタチオニン、ジエンコール酸、フェリニン、アミノマロン酸、 β -オキシアスパラギン酸、 α -アミノ- α -メチルコハク酸、 β -オキシグルタミン酸、 γ -オキシグルタミン酸、 γ -メチルグルタミン酸、 γ -メチレングルタミン酸、 γ -メチル- γ -オキシグルタミン酸、 α -アミノアジピン酸、 α 、 α' -ジアミノアジピン酸、 β 、 β' -ジアミノアジピン酸、 α -アミノ- γ -オキシアジピン酸、 α -アミノピメリン酸、 α -アミノ- γ -オキシピメリン酸、 β -アミノピメリン酸、 α -アミノスベリン酸、 α -アミノセバシン酸、パントテン酸である。

15
20

アシル基としては、炭素原子数8～20の飽和または不飽和の脂肪酸から誘導されるものであれば何でも良く、直鎖、分岐、環状を問わない。N-長鎖アシルアミノ酸がN-長鎖アシル-L-アミノ酸であることが生分解性の点から好ましい。

25

本発明のアシル基含有組成物およびその水溶液の用途の代表例としては、例えば工業用洗浄剤及び処理剤原料、家庭用（衣料、台所、住居、食器等）洗剤原料、香粧品原料、食品用、医薬品用、乳化（重合）用、農薬用、繊維加工用（精練剤、

染色助剤、柔軟剤、撥水剤）、防汚加工剤、コンクリート用混和剤、印刷インキ用、潤滑油用、帯電防止剤、防曇剤、滑剤、分散剤、脱墨剤等を挙げることが出来る。

- これらの用途は、本発明品の特徴の一つである製品着色度の低さ、皮膚などへの低刺激性、および低濃度での界面活性能、保湿性、顔料分散安定性、洗浄性、高い乳化安定性、生分解性による低環境負荷を活かした有用な用途と言える。これらの用途に使用される場合、本発明品は用途に応じて配合組成物（例えば香粧品組成物等）として調製されるが、配合組成物中における本発明品の配合量は特に限定されず、その用途に応じて0.01～99wt%、好ましくは0.01～50wt%の範囲で使用することができる。また、本発明のアシル基含有組成物は塩基性物質による中和率を調整することにより例えばpH3～12の広範囲のpH域で使用することができ、好ましくは該組成物のpH4.5～11で使用できる。より好ましくは、pH5～8で使用できる。

- 本発明のアシル基含有組成物を種々の用途の配合組成物として使用する場合には、その形態は液体状、固体状、ゲル状、ペースト、ミスト状等の目的に応じて種々の形態で使用することができる。

本発明のアシル基含有組成物およびその水溶液の用途としては香粧品原料として使用される。

- 本発明に於ける香粧品とは、薬事法に言う医薬部外品および化粧品の総称であり、具体的には、医薬部外品としては口中清涼剤、腋臭防止剤、てんか粉類、養毛剤、除毛剤、染毛剤、パーマネントウェーブ用剤、浴用剤、薬用化粧品、薬用歯磨き類などを列挙することができ、化粧品としては、化粧石鹸、洗顔料（クリーム・ペースト状、液・ジェル状、顆粒・粉末状、エアゾール使用など）、シャンプー、リンスなどの清浄用化粧品；染毛料、ヘアトリートメント剤（クリーム状、ミスト状、オイル状、ジェル状その他の形態の物および枝毛コート剤を含む）、ヘアセット剤（髪油、セットローション、カラーローション、ポマード、チック、びんつけ油、ヘアスプレー、ヘアミスト、ヘアリキッド、ヘアフォーム、ヘアジェル、ウォーターグリース）などの頭髮用化粧品；一般クリーム、乳液（クレンジングクリーム、コールドクリーム、パニシングクリーム、ハンドクリ

- ームなど)、ひげ剃り用クリーム(アフターシェービングクリーム、シェービングクリームなど)、化粧水(ハンドローション、一般化粧水など)、オーデコロン、ひげ剃り用ローション(アフターシェービングローション、シェービングローションなど)、化粧油、パックなどの基礎化粧品;おしろい(クリームおしろい、固形おしろい、粉おしろい、タルカムパウダー、練りおしろい、ベビーパウダー、ボディパウダー、水おしろいなど)、パウダー、ファンデーション(クリーム状、液状、固形など)、ほお紅、まゆずみ、アイクリーム、アイシャドウ、マスカラなどのメイクアップ化粧品;一般香水、練り香水、粉末香水などの香水類;ゲルタイプ、液体タイプ、陶器タイプ等の芳香剤、消臭剤、脱臭剤;日焼け・日焼け止めクリーム、日焼け・日焼け止めローション、日焼け・日焼け止めオイルなどの日焼け・日焼け止め化粧品;爪クリーム、エナメル、エナメル除去液などの爪化粧品;アイライナー化粧品;口紅、リップクリームなどの口唇化粧品;歯磨きなどの口腔化粧品;バスソルト、バスオイル、バブルバスなどの浴用化粧品などを列挙することができる。中でも、本発明のアシル基含有組成物の配合組成物は、清浄用化粧品、頭髮用化粧品、基礎化粧品に使われることが多く、特に清浄用化粧品での使用に最適である。

本発明のアシル基含有組成物を香粧品組成物として用いる場合、好ましくは該アシル基含有組成物の1種以上およびポリヒドロキシル化合物を含有する化粧料として用いるのがよい。

- ここで、分子内に水酸基を2個以上有するポリヒドロキシル化合物としては、例えばエチレングリコール、1, 2-プロパンジオール、1, 3-プロパンジオール、1, 2-ブタンジオール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、ペンタンジオール、1, 6-ヘキサンジオール、シクロヘキサンジオール、ジメチロールシクロヘキサン、ネオペンチルグリコール、1, 8-オクタンジオール、2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタンジオール、イソプレングリコール、3-メチル-1, 5-ペンタンジオール、ソルバイト、カテコール、レゾルシン、ヒドロキノン、ビスフェノールA、ビスフェノールF、水添ビスフェノールA、水添ビスフェノールF、ダイマージオール、ジメチロールプロピオン酸、ジメチロールブタン酸、酒石酸、ジヒドロキシ酒石酸、メバロン酸、3, 4-ジ

- ヒドロキシけい皮酸、3, 4-ジヒドロキシヒドロけい皮酸、ヒドロキシ安息香酸、ジヒドロキシステアリン酸、ジヒドロキシフェニルアラニン等およびこれらの各異性体等の2価ヒドロキシル化合物；グリセリン、トリオキシイソブタン、1, 2, 3-ブタントリオール、1, 2, 3-ペンタントリオール、2-メチル-5-1, 2, 3-プロパントリオール、2-メチル-2, 3, 4-ブタントリオール、2-エチル-1, 2, 3-ブタントリオール、2, 3, 4-ペンタントリオール、2, 3, 4-ヘキサントリオール、4-プロピル-3, 4, 5-ヘプタントリオール、2, 4-ジメチル-2, 3, 4-ペンタントリオール、1, 2, 4-ブタントリオール、1, 2, 4-ペンタントリオール、トリメチロールエタン、10 トリメチロールプロパン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、トリヒドロキシステアリン酸等の3価ポリヒドロキシル化合物；ペンタエリスリトール、エリスリトール、1, 2, 3, 4-ペンタンテトロール、2, 3, 4, 5-ヘキサントテトロール、1, 2, 4, 5-ペンタンテトロール、1, 3, 4, 5-ヘキサントテトロール、ジグリセリン、ソルビタン等の4価ポリヒドロキシル化合物；15 アドニトール、アラビトール、キシリトール、トリグリセリン等の5価ポリヒドロキシル化合物；ジペンタエリスリトール、ソルビトール、マンニトール、イジトール、イノシトール、ダルシトール、タロース、アロース等の6価ポリヒドロキシル化合物；またはこれらの脱水縮合物、ポリグリセリン等が挙げられる。

- また、糖類、例えばエリスロース、スレオース、エリスルロース等のテトロース；20 リボース、アラビノース、キシロース、リクソース、キシルロース、リブロース等のペントース；アロース、アルトロース、グルコース、マンノース、ギャーロース、イドース、ガラクトース、タロース、フラクトース、ソルボース、プシコース、タガトース等のヘキソース等の単糖類；マルトース、イソマルトース、セロビオース、ゲンチオビオース、メリビオース、ラクトース、ツラノース、ト25 レハロース、サッカロース、マンニトリオース、セロトリオース、ゲンチアノース、ラフィノース、メレチトース、セロテトロース、スタキオース等のオリゴ糖類が挙げられる。

また、その他の糖類、例えばヘプトース、デオキシ糖、アミノ糖、チオ糖、セレノ糖、アルドン糖、ウロン酸、糖酸、ケトアルドン酸、アンヒドロ糖、不飽和

糖、糖エステル、糖エーテル、グリコシド等の残基でもよく、デンプン、グリコーゲン、セルロース、キチン、キトサン等の多糖類またはそれらを加水分解したものでもよい。これらポリヒドロキシル化合物は2種以上組み合わせて用いても良い。ポリヒドロキシル化合物として好ましくは、3価以上のポリヒドロキシル化合物がよい。

- 本発明のアシル基含有組成物を含有する化粧料は、好ましくはアシル基含有組成物の1種以上およびポリヒドロキシル化合物を含有し、ポリヒドロキシル化合物の含量が0.001~40重量%であり、アシル基含有組成物の含量がポリヒドロキシル化合物に対し重量比で10/1~1/100である。ポリヒドロキシル化合物の含量が0.001重量%未満であると、しっとり感が低下し保湿効果が得られにくく、また40重量%をこえるとべたつきが生じやすい。アシル基含有組成物の量がポリヒドロキシル化合物に対し重量比で1/100未満であると、ポリヒドロキシル化合物等の他の成分由来のべたつきが生じやすく、一方、10/1をこえると、アシル基含有組成物由来のべたつきが生じやすい。より好ましくは、ポリヒドロキシル化合物の含量が0.1~30重量%であり、アシル基含有組成物の量がポリヒドロキシル化合物に対し重量比で5/1~1/50である。さらに好ましくは、アシル基含有組成物の量がポリヒドロキシル化合物に対し重量比で5/1~1/20である。

- 本発明のアシル基含有組成物を含有する化粧料において、油性成分は、保湿効果および/またはエモリエント効果を付与する点で使用するの好ましい。油性成分としては、液状油または固体脂のいずれをも使用することができ、化粧料や外用の医薬品などの成分として慣用されている油性成分でもよい。

- 例えば、アボガド油、アーモンド油、オリーブ油、カカオ油、ゴマ油、サフラワー油、大豆油、ツバキ油、パーシク油、ひまし油、ぶどう種子油、マカデミアナッツ油、ミンク油、綿実油、モクロウ、ヤシ油、卵黄油、パーム油、パーム核油、トリイソオクタン酸グリセリル、トリ2-エチルヘキサン酸グリセリルコレステロール脂肪酸エステル等の油脂、鯨ロウ、カルナバロウ、キャンデリラロウ、ホホバ油、ミツロウ、ラノリン等およびその誘導体等のロウ類、流動パラフィン、パラフィン、ワセリン、セレシン、マイクロクリスタリンワックス、スク

ワラン、スクアレン等の炭化水素、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、イソステアリン、オレイン酸、ベヘニン酸、ウンデシレン酸、ラノリン脂肪酸、硬質ラノリン脂肪酸、軟質ラノリン脂肪酸等の高級脂肪酸、ラウリルアルコール、セチルアルコール、セトステアリルアルコール、ステアリル

5 アルコール、イソステアリルアルコール、2-オクチルドデカノール、オレイルアルコール、ベヘニルアルコール、ラノリンアルコール、水添ラノリンアルコール、ヘキシルデカノール等の高級アルコール、ミリスチン酸イソピロピル、ミリスチン酸オクタデシル、ミリスチン酸2-オクチルドデシル、2-エチルヘキサン酸セチル、リンゴ酸ジイソステアリル、イソステアリン酸イソステアリル、イ

10 ソステアリルコレステリルエステル、ステアリン酸ブチル等の高級アルコール脂肪酸エステル、(ジ)メチルシリコーン、メチルフェニルシリコーン、アミノ変性シリコーン、環状シリコーン等のシリコーン油等の揮発性および不揮発性の油性成分が挙げられる。これら油性成分は2種以上組み合わせて用いても良い。

本発明のアシル基含有組成物を含有する化粧料は、アシル基含有組成物とポリ

15 ヒドロキシル化合物とに、必要に応じ水分と油性成分等を攪拌混合することによって製造することができる。特に、油性成分を含有する乳液等の乳化液を製造する場合においては、後述するアシル基含有組成物、ポリヒドロキシル化合物、および油性成分からなる油性ゲル状組成物を用いて乳化製造する方法が好ましい。

具体的には、油性ゲル状組成物に水を加え攪拌すると、このゲルは極めて容易

20 に、安定な乳化分散状態となるので、したがって油性ゲル状組成物に水を加えるだけで化粧料を製造することができる。より、しっとり感や保湿効果に優れ、かつ安定な乳化状態の化粧料を製造するには、上記ゲル状組成物より化粧料を製造する場合に、水以外にポリヒドロキシル化合物や高級アルコール、または油性成分等を適宜配合添加する方法が好ましい。

25 かくして得られる本発明のアシル基含有組成物を含有する化粧料の特徴は、しっとり感と保湿効果に優れ、経時的にも非常に安定な乳化状態を保つことが可能なことである。

本発明のアシル基含有組成物を含有する化粧料は、例えば乳液、クリーム、ローション、化粧水等の他、クレンジングローション、洗顔料、ボディシャンプー

等の皮膚の洗浄を目的とするものに対しても適用できる。また、本発明のアシル基含有組成物を含有する化粧料は、所望により液状、ペースト状、ゲル状、エアゾール状等の種々の剤型にすることができる。

- 本発明のアシル基含有組成物を配合組成物として用いる場合、好ましくは該アシル基含有組成物、ポリヒドロキシル化合物、油性成分を含有するゲル状組成物として用いることがよい。

- 本発明のゲル状組成物において、分子内に水酸基を2個以上有するポリヒドロキシル化合物としては、例えば上述したようなポリヒドロキシル化合物が挙げられる。本発明のゲル状組成物においては、ポリヒドロキシル化合物として好ましくは、3価以上のポリヒドロキシル化合物がよい。

また、ポリヒドロキシル化合物は2種以上組み合わせて用いても良く、またこの時、2価のポリヒドロキシル化合物と3価のポリヒドロキシル化合物というように異なる価数のポリヒドロキシル化合物を組み合わせても良い。

- 本発明のゲル状組成物において、油性成分としてはまた、例えば上述したような油性成分が挙げられる。

- 本発明のゲル状組成物は、アシル基含有組成物の1種以上、分子内に水酸基を2個以上有するポリヒドロキシル化合物の1種以上、および油性成分の1種以上を含有するゲル状組成物であって、該ゲル状組成物中の水分含量が50重量%以下であり、かつ該ゲル状組成物中の組成が、1) アシル基含有組成物の総量が0.1～40重量%、2) ポリヒドロキシル化合物の総量が1～60重量%、3) 油性成分の総量が1～95重量%、とすることが好ましい。ここで、アシル基含有組成物、ポリヒドロキシル化合物、油性成分のそれぞれの含量は、それぞれに該当する成分の総和である。水分含量がこの範囲外ではゲル状を安定に保持しにくい場合がある。水分含量はより好ましくは、30重量%以下である。さらに好ましくは、20重量%以下とする。

各成分の組成がこの範囲外であってもゲル状の剤型になることはあるが、油性成分が分離して安定性に乏しかったり、ゲル形成力が不十分であったり、目的によっては汚れの洗浄力が低下したり、使用感が好ましくなくなることがある。

本発明のアシル基含有組成物を含有するゲル状組成物においては、アシル基含

有組成物、ポリヒドロキシル化合物、油性成分の各成分組成は、より好ましくは、
1) 界面活性剤の総量が1～25重量%、2) ポリヒドロキシル化合物の総量が
5～40重量%、3) 油性成分の総量が20～80重量%、である。さらに好ま
しくは、1) 界面活性剤の総量が3～15重量%、2) ポリヒドロキシル化合物
5 の総量が5～30重量%、3) 油性成分の総量が30～70重量%、である。

本発明のゲル状組成物において、外観が透明なゲル状組成物を得るためには該
組成物中のアシル基含有組成物、ポリヒドロキシル化合物、および水からなる水
相と、油性成分からなる油相との20℃における屈折率の差を±0.05以下
とすることが好ましい。両相の屈折率の差がこの範囲を外れると、外観の透明な
10 組成物を得ることができなく、両相の屈折率差は0に近づける方がよい。より好
ましくは、両相の屈折率の差を±0.03以下とする。さらに好ましくは、両
相の屈折率差を±0.01以下とする。さらには両相の屈折率差を0にすると
より好ましい。

本発明のゲル状組成物を製造するには、アシル基含有組成物、ポリヒドロキシ
15 ル化合物、油性成分および場合によっては水を高専断力の下で攪拌・混合するこ
とにより製造される。好ましい製造方法としては、油性成分以外の成分を十分に
攪拌・混合し、これに油性成分を徐々に添加していく方法がよい。

かくして得られる本発明のゲル状組成物は、1) ゲル状組成物形成力が高く、
経時的にも非常に安定なゲルを保つ、2) ゲル状組成物の粘度幅が広い、3) 水
20 を添加すると極めて容易にエマルジョン状態に微分散する、4) クレンジング剤
等の洗浄剤として使用した場合、容易に水で洗い流すことができ、後に残らずさ
っぱり感がある、という非常に優れた特徴を有する。

本発明のゲル状組成物の用途の代表例としては、例えば各種外用剤用途、ゲル
基材用途、クリーナー用途等に好適に用いることができる。外用剤としては、洗
25 顔・クレンジング用のクリームやゲル、コールドクリーム、バニシングクリーム
やモイスチャークリーム等の各種化粧品、マッサージゲル、整髪料等の皮膚用あ
るいは毛髪用化粧品、消炎剤やゲル状医薬品類、または害虫忌避剤等の薬剤等が
挙げられる。また、包括・担持型のゲル基材として、香料や活性炭等の吸収・吸着
剤を包括・分散させた徐放性香料ゲル、消臭ゲル基材用、これに加え、水分散性

を生かして農薬用、浴用剤等への利用が挙げられる。また、クリーナーとして、油性成分とのなじみがよい性質を利用して、例えば、台所・レンジ周り等の油汚れクリーナー、同様に機械油汚れクリーナー、ハンドクリーナー等クリーナー用途、または自動車等の金属の塗膜面、仏壇・仏具・箆笥・机等の木製塗装面、テレビ・パソコン等の家電品のプラスチック表面、ガラス面等のクリーナー用途等が挙げられる。

特に、本発明のアシル基含有組成物を含有するゲル状組成物をクレンジング剤に用いる場合、該ゲル状組成物の25℃における粘度が1000~20000 mPa・sの範囲のものが皮膚等に塗布した時の伸びに優れるので好ましい。さらに好ましくは、25℃における粘度が、3000~60000 mPa・sの範囲のものがよい。

本発明のアシル基含有組成物を配合組成物として用いる場合、好ましくは該アシル基含有組成物を含む分散剤組成物として用いることがよい。

本発明のアシル基含有組成物を含有する分散剤組成物は、親水性および／または疎水性粉体に対して凝集を防ぎ、分散安定性に優れるものであり、例えば下記のような用途分野で各種顔料に対して応用できる。すなわち、水系・非水系塗料分野；チタン白、ベンガラ、アルミ粉、タルク、カーボンブラック、アゾ系顔料、フタロシアニン系等の顔料／印刷インキ分野；カーボンブラック、アゾ系顔料、フタロシアニン系等の顔料／化粧品分野（浴用剤含む）；タルク、（微粒子）酸化チタン、チタン、マイカ、アルミナ、ベントナイト、ベンガラ、ラウリン酸亜鉛、ステアリン酸亜鉛、酸化亜鉛、酸化クロム、群青、紺青、酸化鉄、カオリン、セリサイト、紅花色素、コチニール等の顔料／強化ゴム・プラスチック分野；クレー、炭酸カルシウム、シリカ、カーボンブラック、フタロシアニン系等の顔料／繊維・染色分野；顔料捺染、分散染料等／セメント・コンクリート分野；セメント等／コート紙用コーティングカラー分野；炭酸カルシウム、タルク、酸化チタン、クレー等の顔料／光触媒分野；（超）微粒子酸化チタン等が挙げられる。また、その他の顔料として、コバルトブルー、クロムグリーン、酸化クロム、無水ケイ酸、ケイ酸アルミン酸マグネシウム塩、等の無機顔料；植物の実の皮を粉末状にしたもの、ヒノキを粉末状にしたもの、ポリエチレン末、ポリメチルシル

セスキオキサン末、ハンザエロー、ベンジジンエロー、パーマネントエロー、タートラジンレーキ、キノリンエロー、スダーン1、パーマネントオレンジ等の有機顔料；ブロンズパウダー等の金属粉顔料；硫化亜鉛、ケイ酸亜鉛、硫酸亜鉛カドミウム、硫化カルシウム、硫化ストロンチウム、タングステン酸カルシウム等
5 の無機蛍光顔料、その他公知の有機蛍光顔料等が挙げられる。

本発明のアシル基含有組成物を含有する分散剤組成物においては、水分は含んでも含まなくてもよく、例えば、アシル基含有組成物と顔料等とを単に混合した固体、液体またはペーストのような形態でも構わない。また、顔料をアシル基含有組成物で被覆した形態、ポリマー等をマトリックスとして顔料にアシル基含有
10 組成物を固着した形態、顔料にアシル基含有組成物を担持した形態、顔料とアシル基含有組成物とを直接にまたは何らかの架橋剤等を介して化学的に結合した形態等の形態で使用する事ができる。

本発明のアシル基含有組成物を含有する分散剤組成物においては、アシル基含有組成物が顔料に対して0.01重量%以上であることが好ましく、より好ましくは0.1重量%以上であり、さらに好ましくは1重量%以上がよい。分散剤組成物中におけるアシル基含有組成物の顔料に対する量はほかに問題がなければ多いほうが安定性は向上するが、500重量%を超えると用途によっては、例えば
15 インクの場合ではインクの耐水性が低下する等の問題が発生することがある。

本発明の分散剤組成物を用いて顔料分散液を製造する方法としては、分散剤組成物と顔料、および分散媒とを通常の分散機、例えば、ボールミル、ロールミル、サンドミル、フローミル、ダイノミル、アトライザー、ホモキキサー、ホモジナイザー、高速ディスパー等公知の攪拌機で攪拌混合することができる。また、攪拌混合する場合には、常温または加熱においても構わず、必要に応じて実施できる。
20

また、本発明のアシル基含有組成物は、洗浄剤組成物としても有用であり、低濃度から表面張力低下能があり、刺激性が小さく、泡立ち、洗浄後のさっぱり感等に優れた洗浄剤組成物が提供できる。また本発明のアシル基含有組成物は、例えば希薄な水溶液にしてこれを用いて皮脂を拭き取ると、ふき取った後サラサラとした感触が得られる特徴がある。さらに、アシル基含有組成物自身に保湿能が
25

あることから、保湿剤としての使用が可能である。

また、本発明のアシル基含有組成物は用途と目的に応じて各種の基材と併用することができる。

- 具体的には、アラビアゴム、トラガントゴム等の天然ゴム類、サポニン等のグルコシド類、メチルセルロース、カルボキシセルロース、ヒドロキシメチルセルロース等のセルロース誘導体、リグニンスルホン酸塩、セラック等の天然高分子、ポリアクリル酸塩、スチレン-アクリル酸共重合物の塩、ビニルナフタレン-マレイン酸共重合物の塩、 β -ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物のナトリウム塩、リン酸塩などの陰イオン性高分子やポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリエチレングリコール等のノニオン性高分子等の分散剤；

- 脂肪酸塩（石鹼）、アルキル硫酸エステル塩（AS）、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩（AES）、アルファ-オレフィンスルホン酸塩（AOS）、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩（SAS）、ジアルキルスルホコハク酸塩、アルファ-スルホン化脂肪酸塩、N-長鎖アシルアミノ酸塩、N-アシル-N-メチルタウリン塩、硫酸化油脂、ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル硫酸塩、アルキルリン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテルリン酸塩、ナフタリンスルフォン酸塩ホルマリン縮合物などのアニオン性界面活性剤；

- 20 アルキルベタイン類、アルキルアミドベタイン類、アルキルスルホベタイン類、イミダゾリニウムベタイン類などの両性界面活性剤；

- 脂肪酸アルキロールアミド、アルキルアミノオキサイド、ポリオキシエチレンアルキルエーテル（AE）、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンポリスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレングリコール、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル、多価アルコール脂肪酸部分エステル、ポリオキシエチレン多価アルコール脂肪酸部分エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン硬化ひまし油、ポリオキシエチレンアルキルアミン、トリエタノールアミン脂肪酸部分エステルなどのノニオン性界面活性

剤；

第1～第3級脂肪アミン塩、塩化アルキルアンモニウム塩、テトラアルキルアンモニウム塩、トリアルキルベンジルアンモニウム塩、アルキルピリジニウム塩、アルキルヒドロキシエチルイミダゾリニウム塩、ジアルキルモルフォリニウム塩

5 などのカチオン性界面活性剤；

アルギン酸ナトリウム、デンプン誘導体、トラガントゴムなどの高分子界面活性剤；

レシチン、ラノリン、コレステロール、サポニンなどの天然界面活性剤；

アボガド油、アーモンド油、オリーブ油、カカオ油、ゴマ油、サフラワー油、

10 大豆油、椿油、パーシク油、ひまし油、ミンク油、綿実油、モクロウ、ヤシ油、卵黄油、パーム油、パーム核油、合成トリグリセライド、ホホバ油等の油脂；

流動パラフィン、ワセリン、セレシン、マイクロクリスタリンワックス、イソパラフィン等の炭化水素；

ミツロウ、鯨ロウ、ラノリン、カルナバロウ、キャンデリラロウおよびその誘
15 導体等のロウ；

ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、イソステアリン酸、オレイン酸、ベヘニン酸、ウンデシレン酸、ラノリン脂肪酸、硬質ラノリン脂肪酸、軟質ラノリン脂肪酸等の高級脂肪酸；

ラウリルアルコール、セタノール、セトステアリルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール、ベヘニルアルコール、ラノリンアルコール、水
20 添ラノリンアルコール、ヘキシルデカノール、オクチルドデカノール等の高級アルコール；

ミリスチン酸イソプロピル、ステアリン酸ブチル等のその他のエステル油；
金属石鹸、ストレートシリコーン油、変成シリコーン油等のシリコーン類等の揮
25 発性および不揮発性の油分；

グリセリン、ジグリセリン、ポリグリセリン、1，3-ブタンジオール、プロパンジオール、ポリエチレングリコールなどのポリオール類；

トリメチルグリジン、ソルビトール、ラフィノース、ピロリドンカルボン酸塩類、乳酸塩類、ヒアルロン酸塩類、セラミド類などの保湿剤；

- ヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロースヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロリドエーテル、メチルセルロース、エチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、可溶性デンプン、カルボキシメチルデンプン、メチルデンプン、アルギン酸プロピレングリコールエステル、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリビニルメチルエーテル、カルボキシビニルポリマー、ポリアクリル酸塩、グアーガム、ローカストビンガム、クインスシード、カラギーナン、ガラクトン、アラビアガム、ペクチン、マンナン、デンプン、キサンタンガム、デキストラン、サクシノグルカン、カードラン、ヒアルロン酸、ゼラチン、カゼイン、アルブミン、コラーゲン、メトキシエチレン無水マレイン酸共重合体、両性メタクリル酸エステル共重合体、ポリ塩化ジメチルメチレンペリジニウム、ポリアクリル酸エステル共重合体、ポリ酢酸ビニル、ニトロセルロース、シリコーンレジン等の水溶性および油溶性高分子；

- ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステルメチルグリコシド、テトラデセンスルホン酸塩等の増粘、増泡成分；

エチレンジアミン四酢酸およびその塩類、ヒドロキシエチレンジアミン 3 酢酸およびその塩類、リン酸、アスコルビン酸、コハク酸、グルコン酸、ポリリン酸塩類、メタリン酸塩、ヒノキチール類などの金属イオン封鎖剤；

- パラオキシ安息香酸エステル類、安息香酸およびその塩類、フェノキシエタノール、ヒノキチール等の防腐剤；

クエン酸、リンゴ酸、アジピン酸、グルタミン酸、アスパラギン酸等の pH 調整剤；

その他トリクロロカルバニリド、サリチル酸、ジンクピリチオン、イソプロピルメチルフェノールなどのふけ・かゆみ防止剤；

- ベンゾフェノン誘導体、パラアミノ安息香酸誘導体、パラメトキシ桂皮酸誘導体、サリチル酸誘導体その他の紫外線吸収剤；

アルブチン、コウジ酸、アスコルビン酸、ヒノキチールおよびその誘導体などの美白剤；

センブリエキス、セファランチン、ビタミン E およびその誘導体、ガンマーオ

リザノールなどの血行促進剤；

トウガラシチンキ、ショオウキョウチンキ、カンタリスチンキ、ニコチン酸ベンジルエステルなどの局所刺激剤；

各種ビタミンやアミノ酸などの栄養剤；

5 女性ホルモン剤；

毛根賦活剤；

グリチルレチン酸、グリチルリチン酸誘導体、アラントイン、アズレン、アミノカプロン酸、ヒドロコルチゾンなどの抗炎症剤；

酸化亜鉛、硫酸亜鉛、アラントインヒドロキシアルミニウム、塩化アルミニウム、スルホ石炭酸亜鉛、タンニン酸などの収斂剤；

メントール、カンフルなどの清涼剤；

抗ヒスタミン剤；

高分子シリコーン、環状シリコーン等のシリコーン系物質、トコフェロール類、BHA、BHT、没食子酸、NDGAなどの酸化防止剤；

15 精製水；等などと併用することができる。

特に、脂肪酸ジエタノールアミド、ポリオキシエチレンジオレイン酸メチルグルコシド、ジステアリン酸ポリエチレングリコール、テトラデセンスルホン酸塩、ミリスチン酸塩類、ミリスチルジメチルアミンとの併用は粘度、起泡力を増加させる点で有用であり、また、各両イオン性界面活性剤との併用は刺激性を一層低

20 減させるという点に於いてきわめて有用である。

以下で、本発明を実施例等を用いてさらに具体的に説明するが、本発明はこれら実施例等により何ら限定させるものではない。

本発明の実施例等で用いる評価手段などは以下の通りである。

(A) アシル化合物、脱水アシル化合物、遊離脂肪酸、N-長鎖アシル酸性アミノ酸またはその塩の定量

ODSカラム (YMC-Pack、AM-312) を備えた高速液体クロマトグラフィー (HPLC) において、溶離液としてメタノール/水/リン酸系 (メタノール/1, 4-ジオキサン/水/85%リン酸=2450/60/490/1 (容量比)) を用い、紫外検出器 (島津製作所製; SPD-10A) 205

nmおよび示差屈折率検出器（島津製作所製；RID-10A）を用いて各成分の定量を行った。脱水アシル化合物以外の成分については示差屈折率検出器を用いて検出し、脱水アシル化合物については紫外検出器で確認を行った（存在量が小さく示差屈折率検出器での検出が困難であるため）。

- 5 実施例中、遊離脂肪酸、N-長鎖アシル酸性アミノ酸またはその塩の含量はアシル化合物に対する重量%に換算して表示した。脱水アシル化合物含量は、紫外検出器 205 nm で確認し、アシル基含有化合物に対するピーク面積%で表示した。

下記の「アシル基含有組成物純度」とは、生成物であるアシル化合物重量の、アシル基含有組成物の総重量に対する割合として表される。

- 10 評価基準を以下に示す。

（アシル基含有組成物純度の評価基準）

純度 85%以上	◎
70%～85%未満	○
70%未満	×

- 15 （遊離脂肪酸含量の評価基準）

含量 3%以上	×
1%～3%未満	○
1%未満	◎

（脱水アシル化合物含量の評価基準）

- 20 含量 5%以上 ×
 1%～5%未満 ○
 1%未満 ◎

（N-長鎖アシル酸性アミノ酸またはその塩含量の評価基準）

- 25 含量 15%以上 ×
 1%以上～10%未満 ○
 1%未満 ◎

（B）水溶液透過率の測定

アシル基含有組成物を水酸化ナトリウムで中和することによって調製した 20 重量%（pH 10）の水溶液を用いて、光路長 10 mm のセルにより 430 nm、

および550nmで透過率を測定した。

評価基準を以下に示す。

430nm、550nmいずれの透過率も95%以上 ◎

430nm、550nmいずれの透過率も90%～95%未満 ○

5 430nm、550nmいずれかまたは両方の透過率が90%未満 △

(C) ゲル状組成物の安定性

各ゲル状組成物を40℃で保存して、1か月後における状態を観察し、安定性を下記基準に従い評価した。

○：状態変化がなく良好

10 △：わずかに分離が見られる

×：明らかに分離がみられる

(D) ゲル状組成物の使用感

パネラー5人により、ゲル状組成物を手に塗りよくマッサージした後、水で洗い流した後の使用感を下記基準に従い官能評価した。

15 ○：べとつきがなく、使用感が良好と感じた人が、3人以上

△：べとつきがなく、使用感が良好と感じた人が、1または2人

×：べとつきがなく、使用感が良好と感じた人が、0人

(E) 粘度測定

20 B型粘度計(Brookfield社製;LVDE115)で25℃でゲル状組成物の粘度を測定し、下記5段階基準により評価した。

ゲル状組成物の粘度が、200,000mPa以上

ゲル状組成物の粘度が、60,000以上～20,0000mPa未満

ゲル状組成物の粘度が、3,000以上～60,000mPa未満

ゲル状組成物の粘度が、1,000以上～3,000mPa未満

25 ゲル状組成物の粘度が、1,000mPa未満

(F) 使用時の伸び易さ

パネラー5人により、クレンジング剤の使用時の伸び易さを下記基準に従い官能評価した。

○：良好と感じた人が、3人以上

△：良好と感じた人が、1または2人

×：良好と感じた人が、0人

(G) 外観

- 各ゲル状組成物を目視にて評価した（「透明」、「半透明」、または「分離」
5 によって評価）。

(H) 屈折率測定

屈折率計により、各相の20℃における屈折率を測定した。油相、水相の屈折率差を下記4段階基準で評価した。

- 油相と水相との屈折率差が、0.05以上
10 油相と水相との屈折率差が、0.03以上～0.05未満
油相と水相との屈折率差が、0.01以上～0.03未満
油相と水相との屈折率差が、0.01未満

(I) 化粧料の安定性

- 各化粧料を40℃で保存して、1か月後における状態を観察し、安定性を下記
15 基準に従い評価した。

○：状態変化がなく良好
△：わずかに分離が見られる
×：明らかに分離がみられる

(J) 化粧料の使用感

- 20 パネラー5人により、化粧料を手に塗りその使用感（べとつき感、しっとり感）を下記基準に従い官能評価した。

○：べとつきがなく、しっとりしており、使用感が良好と感じた人が、3人以上

- △：べとつきがなく、しっとりしており、使用感が良好と感じた人が、1また
25 は2人

×：べとつきがなく、しっとりしており、使用感が良好と感じた人が、0人以下、実施例により本発明を詳細に説明する。

【実施例1】

(反応工程)

5 L-リジン塩酸塩 9.1 g (0.05 mol) を水 57 g 中と混合した。この混合液の pH の範囲を 25 % 水酸化ナトリウム水溶液で 10 ~ 11 に調整しながら、また反応温度を 5 °C に維持しながら、攪拌下に N-ラウロイル-L-グルタミン酸無水物 31.1 g (0.1 mol) を 2 時間かけて添加し、反応を実施した。

(酸沈分層工程)

さらに 30 分攪拌を続けた後、ターシャリーブタノールを液中濃度 20 重量% となるように添加した後、75 % 硫酸を滴下して pH 値を 2 に、また液温を 65 °C に調整した。滴下終了後、攪拌を停止し、20 分間 65 °C で静置すると有機層
10 と水層とに分層し、これから有機層を分離した。

(水洗工程)

分離した有機層にターシャリーブタノールおよび水を添加して、組成がアシル化合物/ターシャリーブタノール/水で 33/25/42 (各重量%) の混合液を調製し、温度を 65 °C にして 20 分攪拌した。攪拌停止後、20 分間 65 °C で
15 静置し有機層と水層とに分層した。得られた有機層に対して、同じ水洗操作をくり返した後、得られた有機層から溶媒を除去し、アシル基含有組成物 34.6 g を得た。これの分析結果を表 1 に示す。

【実施例 2】

実施例 1 において、反応工程における条件を、水を水とターシャリーブタノールの混合液 (ターシャリーブタノール濃度 20 wt %) とし、N-ラウロイル-L-グルタミン酸無水物を N-ラウロイル-D-グルタミン酸無水物とした以外は実施例 1 と同じ条件で実施し、アシル基含有組成物 33.8 g を得た。これの
20 分析結果を表 1 に示す。

【実施例 3】

25 実施例 1 において、反応工程における条件を L-リジン塩酸塩とその量をオクタンジアミン 7.2 g とし、反応温度を 55 °C、pH 範囲を 11 ~ 12 とした以外は実施例 1 と同じ条件で実施し、アシル基含有組成物 32.9 g を得た。これの分析結果を表 1 に示す。

【実施例 4】

実施例 1 において、反応工程における条件を N-ラウロイル-L-グルタミン酸無水物とその量を N-ミリストイル-L-グルタミン酸無水物 33.9 g とし、反応温度を 15℃、pH 範囲を 12~13 とした以外は実施例 1 と同じ条件で実施し、アシル基含有組成物 37.1 g を得た。この分析結果を表 1 に示す。

5 【実施例 5】

実施例 1 において、反応工程における条件を N-ラウロイル-L-グルタミン酸無水物とその量を N-ココイル-L-グルタミン酸無水物 31.1 g、L-リジン塩酸塩 9.1 g とその量をエチレンジアミン 3.0 g とした以外は実施例 1 と同じ条件で実施しアシル基含有組成物 29.0 g を得た。この分析結果を表

10 1 に示す。

 【実施例 6】

実施例 1 において、反応工程における条件を N-ラウロイル-L-グルタミン酸無水物とその量を N-パルミトイル-L-アスパラギン酸無水物 3.53 g、水を水とトルエンの混合液（トルエン濃度 30 wt %）、反応温度を 30℃ とした

15 た以外は実施例 1 と同じ条件で実施しアシル基含有組成物 38.3 g を得た。この分析結果を表 1 に示す。

 【比較例 1】

特開平 2002-167313 号公報の実施例 9 と同様に、N-ラウロイル-L-グルタミン酸無水物 31.1 g (0.1 mol) をトルエン 400 mL に加え、95℃ で攪拌溶解し、これに 1,3-プロパンジアミン 3.7 g (0.05 mol) を 2 時間要して滴下して、滴下終了後 1 Hr 攪拌を続けた後、にトルエンを留去して、アシル基含有組成物 33.1 g を得た。これをクロマト精製して、アシル基含有組成物 23.0 g を得た。この分析結果を表 1 に示す。

 【比較例 2】

25 比較例 1 において、1,3-プロパンジアミンとその量を L-リジン 7.3 g とした以外は、比較例 1 と同じ条件で実施してアシル基含有組成物 25.0 g を得た。この分析結果を表 1 に示す。

表 1

実施例	N-アシル酸性アミノ酸 無水物	反応物	反応溶媒	反応温度	反応時の pH	生成物 純度	脱水体 含量	遊離脂防 酸含量	20%水溶液 の透過率	N-アシル酸 性アミノ酸の 含量
実施例 1	N-ラウロイル-L- グルタミン酸無水物	L-リジン塩酸塩	水	5°C	10-11	◎	◎	◎	◎	1~10%
実施例 2	N-ラウロイル-D- グルタミン酸無水物	L-リジン塩酸塩	水/ ターシャリーブタ ノール	5°C	10-11	◎	◎	◎	◎	1~10%
実施例 3	N-ラウロイル-L- グルタミン酸無水物	オクタジジンアミン	水	55°C	11-12	◎	◎	◎	◎	1~10%
実施例 4	N-ミリスチル-L- グルタミン酸無水物	L-リジン塩酸塩	水	15°C	12-13	◎	◎	◎	◎	1~10%
実施例 5	N-ヤン油脂肪酸-L- グルタミン酸無水物	エチレンジアミン	水	5°C	10-11	◎	◎	◎	◎	1~10%
実施例 6	N-パルミトイル-L- アスパラギン酸無水物	L-リジン塩酸塩	水/トルエン	30°C	10-11	◎	◎	◎	◎	1~10%
比較例 1	N-ラウロイル-L- グルタミン酸無水物	1,3-プロパンジジンアミン	トルエン	90°C	—	○	×	◎	×	<0.5%
比較例 2	N-ラウロイル-L- グルタミン酸無水物	L-リジン	トルエン	90°C	—	○	×	◎	×	<0.5%

【実施例 7】

実施例 1 で得た組成物を水酸化ナトリウムで中和して固形分 30 重量%、pH 6.5 の水溶液とした後、これを乾燥して中和したアシル基含有組成物の粉末を得た。

5 【実施例 8】

実施例 5 で得た組成物を水酸化ナトリウムで中和して固形分 30 重量%、pH 7.5 の水溶液とした後、これを乾燥して中和したアシル基含有組成物の粉末を得た。

【実施例 9～22、比較例 3～6】

- 10 表 2 に示す組成のゲル状組成物を製造し、それぞれについて、安定性、使用感および粘度、透明性を評価した。結果を表 2 に示す。配合組成は重量%である。

（製法）いずれのゲル状組成物も下記の方法で調製した。

油性成分以外の成分を 70℃で攪拌しながら混合する。これに、攪拌しながら油性成分をゆっくりと滴下し、更に攪拌した後、冷却してゲル状組成物を得た。

表 2

成分(wt%)	実施例 9	実施例 10	実施例 7.1	実施例 4	実施例 11	実施例 12	実施例 13	実施例 14	実施例 15	実施例 16	実施例 17	実施例 18	実施例 19	実施例 20	実施例 21	実施例 22	比較例 3	比較例 4	比較例 5	比較例 6
実施例7のアシル基含有組成物						6.8	1	1			6	1	5	1	5	6				
実施例8のアシル基含有組成物					5				2	3										
ラウリルグリタミン酸ナトリウム	2									3							11	4		
ラウリルジエーテルジスルホン酸ナトリウム																			13	
ホリオキシエチレン(5)ラウリルエーテル								3					2							12
グリセリン	30	28			21	24	31.2	18	20		32	14.3		20	20	12	17	17	17	20
ジグリセリン													19							
ソルビトール										30										
POE(20)メチルグリコラド												4.8								
スクロース																				
精製水	4	15.9	4		4	9.2	7.8	10	13	4	2	4.6	4	2	0	22	14	10	12	5
流動パラフィン														77						
ミリスチン酸イソプロピル					70															
イソステアリン酸イソステアリル									65											
グレープシード油											60									
TEG+シリコン(10CS)																				
スクアラン													70		60			69		
オリーブ油	60	49								60							58	58		63
シリコン(10CS)																60				
トリ2-エチルヘキサン酸グリセリル						60	60	34				75.3								
低沸シリコーン								34												
安定性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×	×
外観	透明	半透明	透明	透明	透明	透明	透明	透明	半透明	不透明	透明	透明	透明	透明	不透明	透明	分離	分離	分離	分離
使用感	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×	×
屈折率差	<0.01	0.05	0.03	0.03	0.03	<0.01	<0.01	<0.01	0.05	0.03	<0.01	<0.01	<0.01	0.03	>0.05	<0.01	—	—	—	—
粘度(Pa·s)	>200	3-60	60-200	3-60	3-60	3-60	3-60	3-60	3-60	>200	>200	3-60	>200	>200	>200	<1	—	—	—	—
伸び	×	○	○	△	△	○	○	○	○	×	×	○	×	×	×	△	—	—	—	—

【実施例 23～24】

実施例 21 で得たゲル状組成物を 70℃に攪拌し、これに油相部を 70℃で攪拌しながら添加し、さらに残余の水相部を全体が 100 重量部となるように添加し、冷却してそれぞれの配合物を得た。これについて、安定性、使用感を評価した。結果を表 3 に示す。表 3 中の配合組成は重量%である。

【比較例 7】

表 3 の比較例 7 に示す油相部と水相部をそれぞれ 70℃に加熱溶解し、油相部を水相部に混合乳化した後、冷却して配合物を得た。これについて、安定性、使用感を評価した。結果を表 3 に示す。表 3 中の配合組成は重量%である。

10 表 3

	実施例23	実施例24		比較例7
	ローション	クリーム		クリーム
(油性ゲル)			(油相部)	
スクワラン	13	13	スクワラン	13
実施例7の組成物	1	1	ステアリン酸	2
グリセリン	6	6	セタノール	1.5
(油相部)			ワセリン	5
ステアリン酸	2	3	トリ2-エチルヘキサン酸グリセリル	4
セタノール	1.5	5		
ワセリン		5	(水相部)	
トリ2-エチルヘキサン酸グリセリル		4	トリエタノールアミン	0.5
(水相部)			クエン酸	適量
トリエタノールアミン	0.5	1	製造例1の組成物	0.05
クエン酸	適量	適量	グリセリン	6
精製水	残余	残余	精製水	残余
安定性	○	○	安定性	×
使用感	○	○	使用感	×

【参考例 1】

実施例 7 で得た組成物とこれの対照物質として尿素を用いて、高湿下での吸湿率と低湿下での保湿率を次のような方法で評価した。即ち、乾燥試料 1 g を秤量瓶中で乾燥しこれを精秤した後、25℃、相対湿度 84% の高湿下のデシケーター中放置して経時的に 313 Hr 経過後まで試料重量を測定した。その後、同試料を 25℃、相対湿度 33% の低湿下のデシケーターに移し、この中で放置し前

記313Hr経過後を試験開始(0Hr)として同様に経時的に資料重量を測定し、次式に従って吸湿率を求めた。

$$\text{吸湿率}(\%) = (W_t - W_0 / W_0) \times 100$$

W₀ : 放置前乾燥重量、W_t : 各測定時重量

- 5 結果を表4に示す。尿素は吸湿していくと途中で潮解性を示し、またこれを低湿下におくとほぼ水分を全部放湿してしまう。一方、実施例7で得たアシル基含有組成物は潮解性を示すこともなく、尿素に比し高い保湿性を示した。

表 4

試料	高湿下での各時間での吸湿率(%)					
	5Hr	27Hr	48Hr	120Hr	197Hr	313Hr
実施例7の組成物	7.9	26.8	35.0	43.1	44.2	44.7
尿素	0.2	3.2	7.4	24.7	42.6	72.7

試料	低湿下での各時間での吸湿率(%)				
	0Hr	25Hr	49Hr	75Hr	141Hr
実施例7の組成物	44.7	22.3	10.9	7.8	7.0
尿素	72.7	1.2	0.3	0.4	0.3

10

【実施例25～26、比較例8】

実施例7で得たアシル基含有組成物を用い、表5の組成で化粧水を調製し、評価を実施した。結果を表5に示す。表5中の配合組成は重量%である。

- 15 実施例7のアシル基含有組成物を配合した化粧水は、使用後の感触に優れている。

表 5

	実施例25	実施例26	比較例8
実施例7の組成物	0.5	1	0
尿素	0	0	1
1,3-ブチレングリコール	5	2	2
オレイルアルコール	0.1	0	0
エタノール	5	10	10
精製水	残余	残余	残余
pH	6.5	6.5	6.5
使用感	○	○	×

【実施例 27】

分散剤として実施例 7 で得た組成物を用い、精製水 300 ml 中に分散剤の固
形分濃度 0.01 重量%となるように分散剤を添加し、顔料として微粒子酸化チ
タン（石原産業（株）商標「TTO-55（A）」）を固形分濃度 1 重量%とな
5 るように添加した後、常温でホモキサーにより 10000 rpm で 2 分間攪拌
分散した。この分散液を 40℃で静置して上澄みの 300 nm における透過率を
経時的に測定した。結果を表 6 に示す。

微粒子酸化チタンは分散することで紫外線遮蔽効果を発揮するので、測定透過
率が小さいほど、凝集・沈降せず安定に分散していると考えられ、実施例 27 の
10 組成物は分散安定性に特に優れている。

【比較例 9～11】

実施例 27 の分散剤の種類を次のように変えた以外は、実施例 25 と同じ方法
で実施した。結果を表 6 に示す。

比較例 9 ; ラウロイルグルタミン酸ナトリウム

15 比較例 10 ; ポリエチレングリコール（20）モノステアレート

比較例 11 ; ポリオキシエチレン（20）ソルビタンモノラウレート

表 6

		上澄み透過率の経時変化(T%)							
		0Hr	5Hr	30Hr	50Hr	75Hr	100Hr	200Hr	
	分散剤								
実施例27	実施例7の組成物	1.4	1.3	1.2	1.3	1.2	0.9	0.8	
比較例9	ラウロイルグルタミン酸ナトリウム	1.4	83.2	98.6	100	100	100	100	
比較例10	ポリエチレングリコール(20)モノステアレート	1.4	1.3	1.2	13.5	81.3	85.1	97.3	
比較例11	ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノラウレート	1.4	1.7	3.2	10.0	9.9	84.5	88.5	

【実施例 28、比較例 12～13】

顔料として微粒子酸化チタンを活性炭（武田薬品（株）商標「白鷺」）とし、分散剤を下記のように変え、上澄みの測定透過率 300 nm を 660 nm とした以外は、実施例 27 と同じ条件で実施した。結果を表 7 に示す。上澄みの測定透過率が小さいほど、活性炭が凝集・沈降せず安定に分散していると考えられ、実施例 7 の組成物が、特に分散安定性に優れている。

実施例 28；実施例 7 の組成物

比較例 12；ラウロイルグルタミン酸ナトリウム

比較例 13；ポリエチレングリコール（20）モノステアレート

10 比較例 14；ポリオキシエチレン（20）ソルビタンモノラウレート

表 7

	分散剤	上澄み透過率の経時変化(T%)				
		0Hr	5Hr	30Hr	80Hr	150Hr
実施例 28	実施例 7 の組成物	0.6	0.6	0.6	0.7	0.8
比較例 12	ラウロイルグルタミン酸ナトリウム	0.6	0.6	0.6	0.7	5.7
比較例 13	ポリエチレングリコール(20)モノステアレート	0.6	0.6	2.8	3.6	24.7
比較例 14	ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノラウレート	0.6	0.6	1.1	4.4	23.0

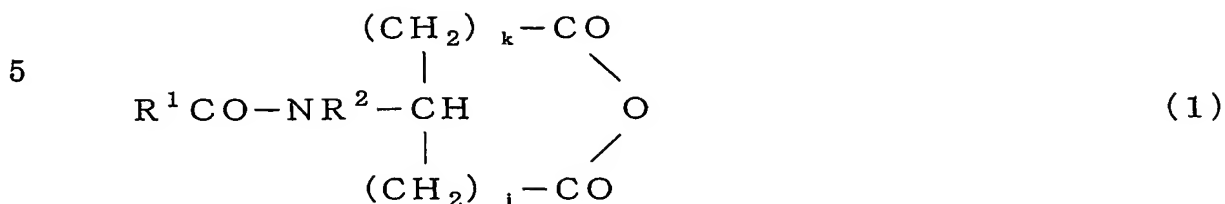
産業上の利用可能性

本発明のアシル基含有組成物は、洗浄剤、および医薬部外品、化粧品など化粧品分野で利用できるアニオン界面活性剤であり、特に、低濃度で界面活性効果を示し、刺激性が小さく、また保湿性を有する界面活性剤である。またこのアシル基含有組成物は、べとつかずにしっとり感を付与し皮膚保湿効果を向上させた化粧料、ペースト状から固体状態まで任意の固さが可能なゲル状組成物、使用感に優れるクレンジング剤、顔料等の分散安定性に優れる分散剤等に应用できるものである。

20

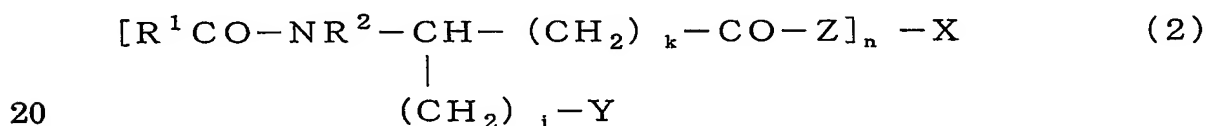
請求の範囲

1. 一般式 (1)



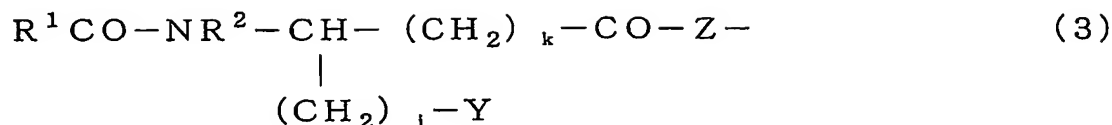
(式中、 R^1CO は炭素原子数2～20の飽和または不飽和の脂肪酸から誘導される長鎖アシル基を示し、 R^2 は水素であるか、又は、任意にヒドロキシル基又はカルボキシル基が置換した炭素原子数1～3の低級アルキル基を示し、 j 、 k は各々独立に0, 1, 2のいずれかであり、かつ j 、 k は同時に0ではない)で表されるN-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物と、分子内にヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基からなる群から選ばれる1種以上の m 個の官能基を有する1種以上の化合物とを、水溶媒中および/または水と有機溶媒との混合溶媒中で反応させる工程(反応工程)を含む、

一般式 (2)



(式中、 R^1CO 、 R^2 、 j 、 k についての定義は上記と同じであって、 n 個(n は2～20の整数(2と20を含む))の Z は、 X に置換したヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基からなる群から選ばれる1種以上の m 個($m \geq n$)の官能基との結合部であって、各々独立に、 --O-- 、 $\text{--NR}^3\text{--}$ (R^3 は水素、または炭素原子数1～10のアルキル基またはアルケニル基またはアリール基またはアルキルアリール基である)及び --S-- からなる群から選ばれ、 X は、任意にヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基以外の置換基を有する分子量100万以下の直鎖または分枝鎖または環状鎖であって芳香族炭化水素を含有し又は含有しない炭化水素鎖であるスペーサーであり、 Z を介して X に付く n 個の

30 一般式 (3)



(式中の定義は上記と同じ) で表される置換基は各々独立であり、Yはカルボキシル基またはその塩を示す) で表される少なくとも1種のアシル化合物を含有する、アシル基含有組成物の製造方法。

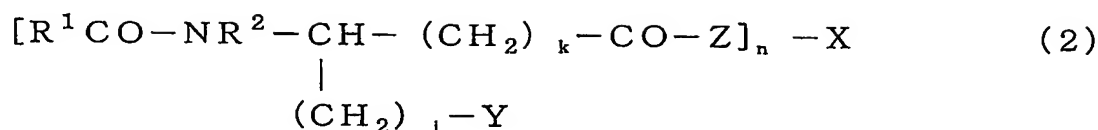
2. 一般式(2)において、Xは、任意にヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基以外の置換基を有する、炭素数1~40の直鎖または分枝鎖または環状鎖であって芳香族炭化水素を含有し又は含有しない炭化水素鎖であるスパーサーである、請求項1記載の方法。

3. 前記反応工程において、分子内にヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基からなる群から選ばれる1種以上のm個の官能基を有する1種以上の化合物に含まれるそれらの官能基の合計の、一般式(1)で表されるN-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物に対するモル比が0.5~1.4であり、かつ、反応時に反応液のpHが4~14に維持される、請求項1又は2に記載の方法。

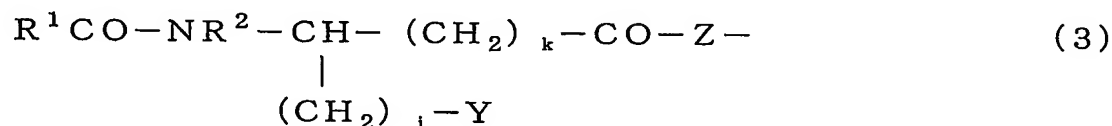
4. 前記反応工程の後に実施される工程として、(i)前記反応工程より得られた反応液を鉱酸でpHを1~6にすることにより有機層と水層とに分層し、アシル基含有組成物を含む有機層を取得する工程(酸沈分層工程)、及び(ii)無機塩等の水溶性不純物を含有するアシル基含有組成物と、実質的に水およびターシャリーブタノールを主成分とする媒体との混合状態から、35℃~80℃の温度において、水層とアシル基含有組成物を含む有機層とに分層しアシル基含有組成物中の不純物を除去する工程(水洗工程)、のいずれか又は両方を含む、請求項1~3のいずれか1項に記載の方法。

5. 前記反応工程の実施後、又は、さらに前記酸沈分層工程又は水洗工程の実施後に、アシル基含有組成物を含む有機層から有機溶媒を蒸留除去するに際し、混合液を気液混合相となして蒸発缶内に噴霧し溶媒を蒸発させる噴霧式蒸発器を用いて、有機溶媒を蒸留除去する、請求項1~4のいずれか1項に記載の方法。

6. 一般式(2)



- (式中、 R^1CO は炭素原子数2～20の飽和または不飽和の脂肪酸から誘導される長鎖アシル基を示し、 R^2 は水素であるか、又は、任意にヒドロキシル基又はカルボキシル基が置換した炭素原子数1～3の低級アルキル基を示し、 j 、 k は各々独立に0、1、2のいずれかであり、かつ j 、 k は同時に0ではなく、 n 個(n は2～20の整数(2と20を含む))の Z は、 X に置換したヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基からなる群から選ばれる1種以上の m 個($m \geq n$)の官能基との結合部であって、各々独立に、 $-O-$ 、 $-NR^3-$ (R^3 は水素、または炭素原子数1～10のアルキル基またはアルケニル基またはアリール基またはアルキルアリール基である)及び $-S-$ からなる群から選ばれ、 X は、任意にヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基以外の置換基を有する分子量100万以下の直鎖または分枝鎖または環状鎖であって芳香族炭化水素を含有し又は含有しない炭化水素鎖であるスペーサーであり、 Z を介して X に付く n 個の一般式(3))



- (式中の定義は上記と同じ)で表される置換基は各々独立であり、 Y はカルボキシル基またはその塩を示す)で表される少なくとも1種のアシル化合物を含有するアシル基含有組成物であって、該組成物中のアシル化合物含有量が70重量%以上であり、遊離脂肪酸含量が3重量%以下であり、かつ液体クロマトグラフィーを用いた205nmでの検出器による分析において、該アシル化合物より分子量が18小さい化合物の含有量がアシル化合物に対し面積比で5%以下である、上記アシル基含有組成物。

7. N-長鎖アシル酸性アミノ酸またはその塩が0.5～30重量%含有される、請求項6に記載の組成物。

8. 一般式(2)において、 X は、任意にヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基以外の置換基を有する、炭素数1～40の直鎖または分枝鎖または環状

鎖であって芳香族炭化水素を含有し又は含有しない炭化水素鎖であるスペーサーである、請求項6又は7に記載の組成物。

9. 一般式(2)において、 R^1CO は炭素原子数8～20の飽和または不飽和の脂肪酸から誘導される長鎖アシル基である、請求項6～8のいずれか1項に記載の組成物。

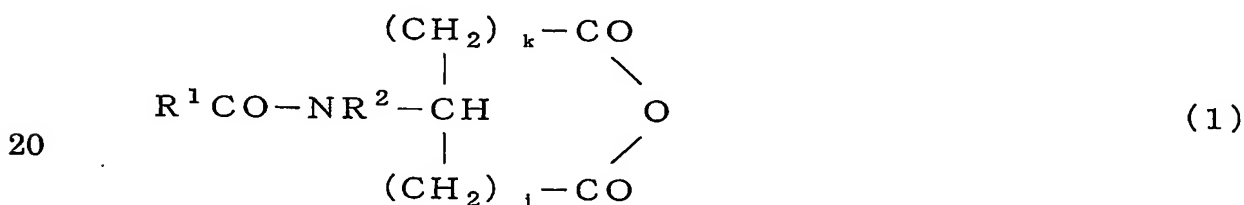
10. 一般式(2)において、Xは、各々独立に、カルボキシル基、スルホン酸基、硫酸エステル基、リン酸エステル基、及びそれらの塩からなる群から選ばれる少なくとも1つの基を有する、請求項6～9のいずれか1項に記載の組成物。

11. 前記アシル基含有化合物中の解離基1等量に対して、対イオンとして塩基性物質を0.2～1.5等量含有する、請求項6～10のいずれか1項に記載の組成物。

12. 前記アシル含有組成物を固形分20重量%、pH10の水溶液に調製した時において、430nmおよび550nmにおける透過率がいずれも90%以上である、請求項6～11のいずれか1項に記載の組成物。

13. さらにその他の界面活性剤を含む、請求項10又は11に記載の組成物。

14. 一般式(1)



(定義は上記と同じ)で表されるN-長鎖アシル酸性アミノ酸無水物と、ヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基からなる群から選ばれる1種以上のm個の官能基を有する1種以上の化合物とを、水および/または水と有機溶媒との混合溶媒中で反応させる工程(反応工程)によって得られる、上記一般式(2)で表される少なくとも1種のアシル化合物を含有する、請求項6～13のいずれか1項に記載の組成物。

15. 前記分子内にヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基からなる群から選ばれる1種以上のm個の官能基を有する1種以上の化合物が、各々独立に、分子内にヒドロキシル基、アミノ基、及びチオール基以外の置換基として、カルボ

キシル基、スルホン酸基、硫酸エステル基、リン酸エステル基、及びそれらの塩からなる群から選ばれる少なくとも1つの基を有する、請求項14に記載の組成物。

16. 前記反応工程の後に、さらに、(i) 前記反応工程より得られた反応液を
5 鉍酸でpHを1～6にすることにより有機層と水層とに分層し、アシル基含有組成物を含む有機層を取得する工程（酸沈分層工程）、及び(ii) 無機塩等の水溶性不純物を含有するアシル基含有組成物と、実質的に水およびターシャリーブタノールを主成分とする媒体との混合状態から、35℃～80℃の温度において、
10 水層とアシル基含有組成物を含む有機層とに分層しアシル基含有組成物中の不純物を除去する工程（水洗工程）、のいずれか又は両方を実施することによって得られる、請求項14又は15に記載の組成物。

17. 前記反応工程を実施した後の、又はさらに前記酸沈分層工程又は水洗工程を実施した後のアシル基含有組成物を含む有機層から有機溶媒を蒸留除去するに際し、混合液を気液混合相となして蒸発缶内に噴霧し溶媒を蒸発させる噴霧式蒸
15 発器を用いて、有機溶媒を蒸留除去することによって得られる、請求項14～16のいずれか1項に記載の組成物。

18. 請求項6～17のいずれか1項に記載のアシル基含有組成物の1種以上を含有する、液体状、固体状、ゲル、ペースト状またはミスト状組成物。

19. 請求項6～17のいずれか1項に記載のアシル基含有組成物の1種以上を
20 含有し、液体状、固体状、ゲル、ペースト状またはミスト状である香粧品組成物。

20. さらにポリヒドロキシ化合物の1種以上を含有する、請求項19記載の香粧品組成物。

21. 前記香粧品組成物中のポリヒドロキシ化合物含量が0.1～60重量%であり、前記香粧品組成物中のアシル基含有組成物含量のポリヒドロキシ化合物
25 含量に対する重量比が10/1～1/100である、請求項20記載の香粧品組成物。

22. さらに油性成分の1種以上を含有し、かつゲル状である、請求項20又は21に記載の香料品組成物。

23. 請求項6～17のいずれか1項に記載のアシル基含有組成物の1種以上、

ポリヒドロキシル化合物の1種以上、及び油性成分の1種以上を含有するゲル状組成物であって、該ゲル状組成物中の水分含量が50重量%以下であり、かつ該組成物中の組成が、1) アシル基含有組成物の総量が0.1～40重量%、2) ポリヒドロキシル化合物の総量が1～60重量%、3) 油性成分の総量が1～95重量%である、上記ゲル状組成物。

24. 前記ゲル状組成物中のアシル基含有組成物、ポリヒドロキシル化合物、および水を含む水層と、油性成分を含む油層との20℃における屈折率の差が±0.05以下である、請求項23記載のゲル状組成物。

25. 25℃における粘度が1000から200,000mPa・sである、請求項23又は24に記載のゲル状組成物。

26. 請求項23～25のいずれか1項に記載のゲル状組成物の、クレンジング剤のための使用。

27. 請求項23～25のいずれか1項に記載のゲル状組成物を乳化してなる化粧品組成物。

28. 請求項6～17のいずれか1項に記載のアシル基含有組成物の1種以上を含有し、液体状、固体状、ゲル、ペースト状またはミスト状である分散剤組成物。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/10772

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C07C231/12, C07C231/02, C07C233/45, A61K7/00, A61K7/48,
A61K7/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C07C231/00-231/24, C07C233/45, A61K7/00,
A61K7/48, A61K7/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	DE 2500802 A1 (Ferlux S.A.), 17 July, 1975 (17.07.75), Claims; examples 2, 3, 10 & FR 2257270 A1 & JP 50-116419 A	1-18 19-28
Y	JP 2000-44554 A (Asahi Denka Kogyo Kabushiki Kaisha), 15 February, 2000 (15.02.00), Claims; examples (Family: none)	1-28
Y	JP 62-263197 A (Ajinomoto Co., Inc.), 16 November, 1987 (16.11.87), Claims; examples (Family: none)	1-28

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
14 November, 2003 (14.11.03)

Date of mailing of the international search report
09 December, 2003 (09.12.03)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/10772

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 4789758 A (Ajinomoto Co., Inc.); 06 December, 1988 (06.12.88), Claims; examples & JP 62-4299 A	1-28
Y	US 4610983 A (Toyama Chemical Co., Ltd.), 09 September, 1986 (09.09.86), Claims; examples & FR 2565587 A1 & DE 3444046 A1 & JP 61-1651 A	1-28
Y	WO 83/146 A1 (BURTIN, Jean Francois), 20 January, 1983 (20.01.83), Claims; examples & JP 58-65214 A	1-28

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C07C231/12, C07C231/02, C07C233/45,
A61K 7/00, A61K 7/48, A61K 7/02

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C07C231/00-231/24, C07C233/45,
A61K 7/00, A61K 7/48, A61K 7/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用了電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X A	DE 2500802 A1 (Ferlux S.A.) 1975. 07. 17, 特許請求の範囲, 実施例 2, 3, 1 O&FR 2257270 A1&JP 50-116419 A	1-18 19-28
Y	JP 2000-44554 A (旭電化工業株式会社) 2000. 02. 15, 特許請求の範 囲, 実施例 (ファミリーなし)	1-28
Y	JP 62-263197 A (味の素株式会社) 1987. 11. 16, 特許請求の範囲, 実施 例 (ファミリーなし)	1-28

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献
「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

14. 11. 03

国際調査報告の発送日

09.12.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

井上 千弥子



4 H

9356

電話番号 03-3581-1101 内線 3443

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	US 4789758 A(Ajinomoto Co., Inc.)1988. 12. 06, 特許請求の範囲, 実施例&JP 62-4299 A	1-28
Y	US 4610983 A(Toyama Chemical Co., Ltd.)1986. 09. 09, 特許請求の範囲, 実施例&FR 2565587 A1&DE 3444046 A1&JP 61-1651 A	1-28
Y	WO 83/146 A1(BURTIN, Jean Francois)1983. 01. 20, 特許請求の範囲, 実施例&JP 58-65214 A	1-28